超音波顕微鏡のV(Z)曲線を用いた 非破壊材料特性評価に関する研究

平成10年3月

岡出元宏

目次

第1章 序論

1.	1	非破壊材料評価------------------------------------	1
1.	2	非破壊材料特性評価における超音波法-----------	1
1.	З	表面波速度測定法---------------------	2
1.	4	超音波顕微鏡による漏洩表面波速度測定と材料特性評価------	3
1.	5	本論文の目的------------------	5
1.	6	本論文の構成---------------------(6
		参考文献---------------------	3

第2章 超音波顕微鏡による漏洩表面波速度の高精密度測定

2.1 緒言	9
2.2 V(Z)曲線1	0
2.3 超音波顕微鏡の改造1	3
2.3.1 距離Ζの高精度測定----------------	4
2.3.2 V(Z)信号の測定------------------1	9
2.3.3 V(Z)曲線の測定------------------2	0
2. 4 周期△乙の高精度算出2	1
2.4.1 周期△Zの高精度算出方法------------2	2
2.4.1.1 スプライン補間による等間隔データへの修正-----2	2
2. 4. 1. 2 FFT解析とIFFT解析による高周波成分の除去---2	6
2. 4. 1. 3 パラメトリック最小自乗法によるバックグラウンド推定-2	7
2.4.1.4 バックグラウンドの除去----------2	9
2. 4. 1. 5 FFT解析による周期△Ζの算出--------2	9
2.4.2 周期△Zの高精度算出プログラムーーーーーーーーー2	9
2.5 漏洩表面波速度測定結果----------------3	2
2.5.1 溶融石英ガラスの漏洩表面波速度測定結果-------3	2
2.5.2 多結晶アルミニウム合金の漏洩表面波速度測定結果-----3	2
2.6 結言3	4
参考文献----------------------3	5

第3章 超音波顕微鏡による多結晶アルミニウム合金の音弾性定数及び応力測定

3.1	緒言------------------	36
3.2	音弾性理論---------------------	36
3.3	測定試料------------------------------------	4 4
3.4	漏洩表面波速度の測定結果-------------	4 5
3.	4.1 測定場所による漏洩表面波速度の変動------	4 5
3.	4.2 多結晶アルミニウム合金の音弾性定数測定-----	47
3.	4.2.1 試験方法---------------	47
З.	4.2.2 測定結果----------------	50
3.5	引張を受ける薄板の小孔近傍の負荷応力測定------	50
З.	5.1 試験方法-----------------	50

3.5.	2 応	いう測定結果	そと計算結響	果の比較ー	 	 	50
3.6 統	吉言——				 	 	54
参	診考文南	ť — — — — –			 	 	55

第4章 周期△Zを高精度で算出する各種デジタル信号処理

. 1 緒言56	4.
. 2 デジタル信号処理56	4.
4.2.1 FFT解析56	4
4.2.2 最大エントロヒ法60	4
4.2.3 自己相関法63	4
4.2.4 ウエーブレット変換65	4
. 3 周期△Zを算出するための波形67	4.
. 4 漏洩表面波速度の算出結果67	4.
. 5 結言6 S	4.
参考文献------------------------------------	

第5章 超音波顕微鏡による窒化ケイ素セラミックスの表面弾性特性

5.	1	緒言	-72
5.	2	漏洩表面波速度測定------------------------------------	-72
5	5.2	2.1 超音波顕微鏡による漏洩表面波速度測定	-72
5	5.2	2. 2 PVDF 圧電膜線収束超音波センサによる漏洩表面波速度測定-	-72
	5.	2.2.1 測定原理	-73
	5.	2.2.2 測定装置と測定方法	-74
5.	3	測定試料------------------------------------	-75
5.	4	漏洩表面波速度の測定結果-----------------	-75
5.	5	考察	-80
5.	6	結言	-91
		参考文献------------------------------------	-92
第6章	重才	≤研究の総括と今後の課題−−−−−−−−−−−−−−−−−	-93
6.	1	本研究の総括------------------------------------	-93
6.	2	今後の課題------------------------------------	-95
付録-			-96
付銀	₹1	V(Z)曲線測定方法----------------------	-96
付錄	₹2	周期△乙の高精度測定計算ブログラム使用方法-------	1 1 1
付銀	₹3	位置合わせ方法------------------------------------	114
謝辞			118

第1章 序論

1.1 非破壞評価

通常、材料や部品、機能製品、システム製品などの信頼性や品質を保証するため、それ らの抜き取り品に対して破壊試験や耐久試験が行われている。これに対して、非破壊試験 を用いれば、対象物の原形や機能を変化させることなく内部構造や物理的特性を定性的ま たは定量的に評価することができて全数試験も可能である。

非破壊試験は、各種の物理的特性が材質の異常や製造上の欠陥によって変化することを 利用する。物理的特性の検出には、電磁波や機械的振動、磁気などが利用される。これら のうちで最もよく使用されているのが、電磁波の放射線(X線)と機械的振動の超音波であ る。

X線はほとんどの物質を透過する性質を持ち、その透過強度は物体の密度や成分、欠陥 などに依存して変化する。この強度変化をX線フィルム、あるいはシンチレーション計数 管などで検出することにより、物体の内部構造を知ることができる。また、特性X線をあ る角度で物質に入射させた時に生じる回析現象を利用することで、物質表面上の結晶格子 面間隔の測定が可能になり、その間隔の変化から表層部の弾性特性や応力分布の評価がで きる。

超音波は、ほとんどの物質中を伝播し、音響インピーダンスが異なる部分で透過、反射 する。透過あるいは反射した超音波を圧電型センサなどで検出することにより、物体の内 部構造を知ることができる。また、物質中を伝播する超音波の速度は、弾性率と密度に依 存し、応力によってもわずかに変化する。したがって、その伝播速度を測定することで、 超音波が伝播する領域について平均した材料特性評価ができる。

以上のようにX線や超音波を用いた非破壊評価には、物体の内部構造を知るという定性 評価と、材料特性を得るという定量評価があり、本研究は後者に関するものである。

1.2 非破壊材料特性評価における超音波法

X線と比較して、超音波は以下の点で優れている。

・時間波形に基づく音速や分散、減衰の定量評価が可能である。

・伝播領域を変化させることにより、比較的広い領域の平均的な材料特性評価が可能
 である。

-1-

・放射線を使用しないので人体に対する危険性がない。

・近年発達が目覚ましいコンピュータやA/D変換器、デジタル信号処理の活用により、
 超音波速度が高精度で測定できるようになってきている。

以上の理由により、超音波は非破壊計測に適するものとして精力的に研究や開発が進めら れている^{11,2),3)}。

超音波には、無限物体内を伝播する縦波や横波、表面近傍のみを伝播する表面波などが ある。縦波及び横波を用いた音速測定には、反射法または透過法が用いられる。超音波を 試料中に入射し、透過あるいは反射した超音波の伝播時間を測定することにより、試料の 厚さ方向について平均した材料特性が評価できる。これらの方法では超音波の反射または 透過を利用することから、平面度と平行度が高い二面を持つ試料が必要である。

・方、試料表面に励起させた表面波はそのほぼ1波長分の深さに浸透するので、その周 波数を変化させることで浸透深さの選択が可能である。したがって表面波を用いれば、試 料の厚さ方向についての平均ではなく、表面波が伝播する1波長分の深さの領域について 平均した特性を得ることができる。また、表面波速度測定の場合は、試料の1面のみを平 面に仕上げればよい。

1.3 表面波速度測定法

本研究は材料表層部の応力や欠陥を非破壊的に評価することを目指しており、前述の理 由から表面波を選択した。表面波速度は低周波表面波センサ³⁾や超音波顕微鏡⁴⁾などで 測定される。

低周波表面波センサは、圧電素子にアクリルシューやくさびを取り付けた送信子と受信 子で構成される。一対の送受信子を数 cm オーダの一定間隔で試料に取り付け、超音波が この間隔を伝播する時間から表面波速度は算出される。このセンサは送受信子と試料との 接触状態の影響を受けやすく、また送受信子の間隔を精度良く設定するのが困難である。

超音波顕微鏡は1mm²以下の微小領域の音響特性評価に対して用いられ、材料表層部の 応力や欠陥の評価に適している。超音波顕微鏡は、数100MHzから数GHzの高周波数のバー スト波を音響レンズから試料に入射し、試料表面の微少領域の音響インピーダンスの差異 により減衰を伴って伝播してきた漏洩表面波と垂直反射波の干渉信号を受信し、それをコ ントラストの差として画像表示する装置である。ここで漏洩表面波とは、材料の表面が水 などの液体で覆われた場合に、波のエネルギの一部が液体に漏洩しながら伝播する表面波

- 2 -

をいう。

超音波顕微鏡は画像を表示する機能の他に、試料表面上の微小領域を伝播する漏洩表面波 速度を測定する機能を持つ。超音波顕微鏡の受信信号強度は音響レンズと試料間の距離Z に対して変化し、この変化はV(Z)曲線と呼ばれる。音響レンズから液体に伝播した波の 一部は垂直反射波として、また他の一部は臨界角で試料に入射し表面波にモード変換後に 表面を伝播しつつ水中へ放出された漏洩表面波として音響レンズに戻ってくる。この漏洩 表面波と垂直反射波は干渉し、距離Zの変化に対して位相差が変化し、V(Z)曲線に周期 的な変動が生じる。Weglein⁵⁾は、この周期ΔZを用いることで試料の漏洩表面波速度が 測定できることを指摘した。その後、Parmon⁶⁾らは幾何光学的モデルを用いて漏洩表面 波速度と周期ΔZの関係を導いた。一般に、V(Z)曲線の測定には画像用に開発された点 集束レンズが用いられていた。しかし、点集束レンズはレンズ中心軸回りのあらゆる方向 に伝播する超音波を検出するので、結晶の音響異方性が検出できない。この問題解決のた め、櫛引と中鉢⁷⁾らは線集束レンズを開発した。線集束レンズは、直線状に集束させた 超音波を一方向に伝播させる音響レンズであり、これにより結晶の音響異方性の評価が可 能になった。

1. 4 超音波顕微鏡による漏洩表面波速度測定と材料特性評価

1.3で述べたように、低周波表面波センサによる方法ではセンサ間の距離を1 cm以下にすることは困難である。一方、超音波顕微鏡は1 mm²以下の微小領域の音響異方性に関する評価が可能である。したがって、材料表層部の局部応力や欠陥の評価には超音波顕微鏡が優れている。

超音波顕微鏡を用いた漏洩表面波速度測定によって、櫛引ら^{8),9)}はSAWデバイスLiTaO 3の材料不均一性を、轟ら¹⁰⁾はガラス基板上のアルミニウム薄膜の分散特性を、井原ら ¹¹⁾は鋼上のTiN薄膜の分散特性を評価している。応力測定に関して、島田ら¹²⁾やLeeら ¹³⁾は高分子材料の負荷応力を、成田ら¹⁴⁾は金属と接合されたセラミックスの残留応力 を報告している。しかし、これらの報告では超音波顕微鏡で比較的容易に漏洩表面波速度 が測定できる材料を対象としており、多結晶金属に関する報告は極めて少ない¹³⁾。

多結晶金属の単位応力変化に対する相対速度変化、すなわち音弾性定数は、10⁻⁶~ 10⁻⁵ /MPa程度である¹⁵⁾。したがって、10MPa程度の応力を測定するためには10⁻⁴オーダ の相対速度変化を検出しなけらばならない。ところが、従来の市販の超音波顕微鏡によ

- 3 -

って、表面波速度約3400m/sの溶融石英ガラスを測定した場合の速度分解能は20m/s 程度(10⁻³~10⁻²オーダの相対速度変動)である。したがって、市販の超音波顕微鏡を用 いて応力測定を行うことはできない。相対速度変動を高精密度で測定するために、戸田ら ^{16),17),18)}は、高精度Z軸移動装置を用いて距離Zを閉ループで制御し、さらに距離Z に対し受信信号強度を調整し、40回平均する方法により、変動の少ないV(Z)曲線を得 た。これらの方法により、相対速度変動はガラスに対して1X10⁻⁴まで、アルミニウム合 金に対して3X10⁻⁴まで向上した。また、Meekら¹⁹⁾は、Chou、Khuri-Yakubら²⁰⁾が開発 した縦波と横波を同時に励起させる音響レンズを用いて、アルミナに対して相対速度変動 を0.5X10⁻⁴まで向上させた。しかし、距離Zに対応して受信信号強度を調整し、さらに 多数回測定する戸田らの方法は多くの時間を必要とする。また、Meekらの特殊な音響レ ンズは現在のところ市販されていない。

超音波顕微鏡による漏洩表面波速度の測定精度は、V(Ζ)曲線の周期△Ζの算出精度に 依存する。V(Z)曲線は△Zの周期成分と焦点に近づくにつれて山形に増加するバックグ ランドと呼ばれる極低周期成分の和である。バックグラウンドを除去することにより、周 期

口口の

期

口口の

第

し

お

第

し

ま

に

な

り

漏

浅

表

面

波

速

度

の

測

定

精

度

が

向

上する。

櫛

引

ら

?)

は

、

漏

浅

表

面

波

が

に

に

は

、

漏

浅

表

面

波

が

に

よ

い

漏

浅

表

面

波

が

に

あ

い

に

は

、

漏

浅

表

面

波

が

が

に

は

い

漏

浅

表

面

波

あ

の

測

に

お

い

湯

れ

し

い

に

い

湯

れ

し

い

に

あ

こ

い

に

い

に

は

い

湯

れ

し

い<br 励起されない鉛やテフロンのV(Z)曲線を予め測定しておき、測定対象物のV(Z)曲線か ら鉛やテフロンのV(Z)曲線を差し引く方法を提案している。しかし、この方法ではV (Z)曲線測定時の温度差や試料と音響レンズの垂直度による誤差などが含まれることが考 えられる。また、V(Z)曲線の周期 ΔZ は一般にFFT解析⁷⁾により算出されている。FFT解析は周期性が無限に連続することを前提とした解析であるが、100MHzから400MHzの音 響レンズを用いて表面波速度が3000m/s程度の材料についてV(乙)曲線を測定した場合、 V(Z)曲線には、たかだか数個の周期△Zが観察されるにすぎない。したがって、周期△ Z を高精度で算出するためにFFT解析以外の適切な信号処理法の検討が必要と考えられる が、これに関する詳しい報告例は見あたらない。一方、多結晶金属材料では個々の結晶粒 の方位に依存して弾性特性が著しく変化するので、測定位置の違いで漏洩表面波速度が大 きく変動する。例えば、表面波速度が約2900m/sの多結晶アルミニウム合金に、周波数 200MHzの表面波を用いた場合の波長は約15µmであり、もし、アルミニウム合金の結晶 粒径が30μmであれば、1つの結晶粒の半分の深さまでしか表面波は浸透しないことに なってしまう。この理由により、超音波顕微鏡で測定される漏洩表面波速度は結晶方位の 影響を受けやすく、測定位置が数十μm変わるだけで音速が数m/sから数十m/sも変動す

- 4 -

る¹⁷⁾。したがって、結晶方位に依存した異方性を分離するために正確な位置決め方法の 確立が必要と考えられるが、これに関する詳しい報告例は見あたらない。

5 本論文の目的

1.4で述べたように、超音波顕微鏡を用いて、多結晶金属材料の漏洩表面波速度を測定し、応力などを評価する場合に以下の三つの課題を克服しなければならない。一つは漏 洩表面波速度の高精度測定に必要な、変動の少ないV(Z)曲線を収録するための超音波顕 微鏡の改善、次いでV(Z)曲線のバックグラウンド処理と周期△Zを算出するための適切 な信号処理の検討である。さらに、結晶粒径が数十μmの金属材料に応力を負荷した場合 に、個々の結晶粒の方位と応力に起因する異方性を分離するための正確な測定位置決め方 法の確立である。本研究は、これら問題を解決する方法を考案し、それを用いて多結晶ア ルミニウム合金の局部応力を測定するとともに、表面波の分散を利用してセラミックスの 表層の弾性特性を非破壊的に評価することを目的とする。

第一の課題は、市販の超音波顕微鏡の改造と、V(Z)曲線のバックグラウンド処理法の 改善により、漏洩表面波速度を高精度で測定することである。具体的には、距離Zを高精 度で検出することと、受信信号の変動を小さくすることである。また、櫛引ら⁷⁾が提案 した漏洩表面波が励起されない鉛やテフロンのV(Z)曲線をバックグラウンドとして用い る方法には種々の誤差が含まれることが考えられる。そこで、周期△Zを精度良く定める ために、収録したV(Z)曲線から直接バックグラウンドを求めるデジタル信号処理方法を 開発する。

第二の課題は、周期△Zを算出するための適切な信号処理の方法の検討である。小数個の周期△Zを持つV(Z)曲線に、周期△Zが無限に存在することを前提とするFFT解析が一般に適用されてきた。これに対して、FFT解析以外の周期性の算出が可能な解析方法、たとえば最大エントロピ法^{21),22)}や自己相関法^{23),24)}あるいはウェーブレット変換^{25),26)}は、FFT解析の前提を必要としない。また、これらの解析方法は周波数の分解能が高く、データに含まれる周期が少ない場合でも解析できる特徴を持つ。そこで、これらの解析方法をV(Z)曲線に適用してFFT解析結果と比較検討する。

第三の課題は、個々の結晶粒の方位と応力に起因する異方性を分離するための正確な測 定位置決め方法の確立である。多結晶金属材料では各結晶粒の方位により弾性特性が変化 する。そこで、測定位置決め方法を工夫し、今までほとんど報告されていない多結晶ア

- 5 -

ルミニウム合金の音弾性定数を求める。さらに音弾性法とFEM解析の応力評価結果を比較し、超音波顕微鏡による微小領域の負荷応力測定が可能であることを明らかにする。

また、周波数195MHzと440MHzの線集束レンズを用いた超音波顕微鏡により、気孔率を 変化させたセラミックスの漏洩表面波速度を測定する。さらに36MHz集束超音波センサに よる漏洩表面波速度の測定結果²⁷⁾とあわせてセラミックス表面層の弾性特性を評価する。

1.6 本論文の構成

第2章では、漏洩表面波速度の測定精度を向上させるため、市販の超音波顕微鏡に施し た改造と、V(Z)曲線に現れる周期△Zを精度良く定めるデジタル信号処理方法について 述べる。市販の超音波顕微鏡を用いる場合には、距離Zを高精度で検出することと、受信 される超音波の信号の変動を小さくすることが必要である。そこで、距離Zは外付けした 高精度変位計で測定し、超音波の信号はその平均回数を増すことで変動を小さくした。ま た、櫛引ら⁷⁾が提案した鉛やテフロンのV(Z)曲線をバックグラウンドとして用いる方 法には種々の誤差が含まれることが考えられる。そこで、測定対象のV(Z)曲線から、最 小自乗法によりバックグラウンド関数を求めた。その関数の処理として、FFT解析とIFFT 解析を組み合わせてレンズ内部反射に起因する高周波成分を除去し、V(Z)曲線を平滑化 した。切り出したV(Z)曲線を指数関数で近似し、得られた関数をバックグラウンド関数 とした。漏洩表面波速度の測定精度の検証は溶融石英ガラスと多結晶アルミニウム合金で 行った。その結果、相対速度変動は、前者では7.8X10⁻⁵、後者で1.5X10⁻⁴になり、これ らの値は特殊な超音波顕微鏡を用いた報告^{16),17),18),19)}と同程度であり、10MPa程度 の応力を検出するために必要な10⁻⁴オーダの相対速度変動が検出できるようになった。

第3章では第2章で述べた方法を利用して、アルミニウム合金の音弾性定数を測定し、 単軸引張を受けるアルミニウム合金試験片の小孔近傍の応力分布を音弾性則により求めた 結果について述べる。前述のように超音波顕微鏡で多結晶金属の漏洩表面波速度を測定す る場合、個々の結晶粒方位の影響が大きく現れるが、同一の場所でV(Z)曲線を測定すれ ばその影響を除去することが可能になる。そこで、同一の場所で音速を測定する位置合わ せ方法と引張試験方法を工夫することにより、アルミニウム合金の音弾性定数K₁=-2.4X10⁻⁵ /MPa、K₂=7.4X10⁻⁶ /MPaを求めた。また、音弾性法とFEM計算で得られた小孔 近傍の応力分布には良い相関が得られ、超音波顕微鏡による微小領域の負荷応力測定が可 能であることを確認した。

- 6 -

第4章では、V(Z)曲線の周期△Zを見い出す信号処理として、FFT解析や最大エント ロビ法、自己相関法、ウェーブレット変換を用いて、溶融石英ガラスのV(Z)曲線を対象 に漏洩表面波速度を算出した。従来、周期性が無限に存在することを前提とするFFT解析 が、小数個の周期△Zを持つV(Z)曲線に適用されてきた。これに対して、最大エントロ ビ法や自己相関法、ウェーブレット変換には、この前提がなく、周波数の分解能も高い。 第2章で述べた計算によるバックグラウンド除去方法と自己相関法とウエーブレット解析方 法を組み合わせることにより、分散(標準偏差)の少ない漏洩表面波速度が得られた。これ らの結果は、バックグラウンド除去後にFFT解析を用いた場合とほとんど差がなかった。 したがって、V(Z)曲線のバックグラウンド除去により、FFT解析は周期△Zの算出に十分 であることがわかった。また、自己相関法とウェーブレット変換の場合、デフォーカス量Zの 増加とともに漏洩表面波速度が増加する結果が得られた。

第5章では、表面波の分散特性、すなわち音速の周波数依存性を用いて、セラミックス表 層部の弾性特性を非破壊評価することを目的とする。焼結セラミックスの弾性特性は表層部と 内部で異なることがよくある。したがって、セラミックス表層部の弾性特性を超音波を用いて 評価する場合は、表面波を用いる方法が適していると考えられる。すなわち、表面波の周波数 を選択することにより、1 波長の深さに相当する表面層の弾性特性の非破壊評価が可能になる ^{28),29)}。対象とした試料は、気孔率を0.6%から6.5%まで変化させた窒化ケイ素セラミック スである。使用した表面波の周波数は、線集束超音波センサでは36MHz、超音波顕微鏡の線集 束レンズでは195MHz、440MHzである。窒化ケイ素セラミックスの表面波速度は約6000m/s³⁰⁾ であるので、これらの周波数を用いることで、深さ約15 μm から約160 μmまでの表面層の 評価が可能になる。これらの方法で漏洩表面波速度を測定した結果、漏洩表面波速度は気孔率 の増加と共に減少した³¹⁾。また、表面波の分散特性から、表面部に近づくと共に、漏洩表面 波速度は増加する傾向が見られ、表層部の弾性定数を推定した。

第6章では本研究の総括と今後の課題について述べる。

参考文献

- 1)和田・生嶋編,超音波スペクトロスコビ(基礎編),(1990), 培風館.
- 2) 御子柴・生嶋編, 超音波スペクトロスコピ(応用編), (1990), 培風館.
- 3)川嶋, 塑性と加工, 37-425(1996), 566.
- 4)Lemon.R.A. and Quate.C.F., Appl.Phys.Lett., Vol.24(1974), 163.
- 5)Weglein.R.D., Appl.Phys.Lett., Vol.34(1979), 179.
- 6)Parmon.W. and Bertoni.H.L., Electron.Lett., Vol.15(1979), 179.
- 7)Kushibiki.J. and Chubachi.N., IEEE Trans.Sonic.Ultrason., SU32-2(1985), 189.
- 8)Kushibiki.J. and Chubachi.N., IEEE Ultrason.Symp.Proc. (1989), 736.
- 9)高橋·櫛引·中鉢,電子情報通信学会超音波研究会US87-73,(1987),31.
- 10) 轟·小林·中村·朴·荒居·飯田, 機械学会論文集(A編), 59 巻 568 号(1993), 2977.
- 11) 井原·相澤, 超音波 TECHNO, Vol.7-No.9(1995), 49.
- 12)島田·渡辺·小幡·三原,非破壊検査,36(1987),540.
- 13)Lee.Y.C., Kim.J.O. and Achenbach.J.D., Review of Progress in QNDE(1994), Vol.13,2025.
- 14)成田·石川,日本金属学会誌55-1(1991),67.
- 15) 岩清水,音弾性法,最新:応力ひずみ測定評価技術,総合技術センタ,(1992),310.
- 16) 戶田·田坂·福岡, 日本機械学会論文集 A-57-537(1991), 1216.
- 17) 福岡・戸田・平尾, 音弾性の基礎と応用, オーム社, (1993), 59.
- 18) 戶田·坂中·福岡、機講論 924-1(1992), 10.
- 19)Meeks.S.W., Peter.D., Horne.D., Young.K., and Novotny.V., Appl.Phys.Lett.55-18(1989),1835.
- 20)Chou.C.H., Yakub.B.T., IEEE TRANS.UFFC, 36(1989), 337.
- 21)Burg,37th Annual International Meeting.Soc.of Explor.
 - Geophys.,Oklahoma City,Okla.,Oct.31(1967).
- 22)Akaike.H., Annals of Institude Statistical Mathematics, Vol.21(1969), 203.
- 23)日野幹雄,スペクトル解析,朝倉書店.
- 24)南茂雄,科学計測のための波形データ処理,CQ出版.
- 25)Morlet.J., Arens.G., E.Fourgeau, and D.Giard, Sampling Theory and Complex Waves, Geophsics, Vol. 47-2(1982), 223.
- 26)I.Daubechies, Communication on Pure and Applied Mathematics, Vol.41-7(1988) ,909.
- 27)川嶋・藤井・佐藤,第3回超音波による非破壊評価シンポジウム(1996),61.
- 28)Bashyam.A. and Rose.J.L., Review of Progress in QNDE, Vol.11(1992),1483.
- 29)Schneide.D., Krell.a, Weiss.T and Reich.T, Acta Metall., 40(1992), 971.
- 30)高原·壱岐·戸田·福岡,機械学会講演論文集,944-1(1994),144.
- 31)Nagarajan.A, J.Appl.Phys., 42(1971),3693.

第2章 超音波顕微鏡による漏洩表面波速度の高精密度測定

2.1 緒言

超音波顕微鏡を利用して漏洩表面波速度が高精度で検出できれば、表面波の音弾性則を用い て微小領域の応力評価が可能となる。多結晶金属の単位応力変化に対する相対速度変化、すな わち音弾性定数は10⁻⁶~10⁻⁵/MPa程度である¹⁾。したがって、10MPa程度の応力を測定する ためには、10⁻⁴オーダの相対速度変動を検出しなけれらばならない。しかし、従来の市販の超 音波顕微鏡を用いて表面波速度が約3400m/sの溶融石英ガラスを測定した場合の速度分解能は、 20m/s程度(10⁻³~10⁻²オーダの相対速度変動)である。したがって、市販の超音波顕微鏡を用 いて応力測定を行うことはできない。

超音波顕微鏡で検出される相対速度変動を向上させるために、戸田ら^{2),3),4),5)} は、高精 度 Z 軸移動装置を用いて距離 Z (デフォーカス量)を閉ループ制御し、さらに距離 Z に対して受 信される超音波の信号強度を調整し、40 回平均する方法により、変動の少ない V (Z)曲線を 得た。これらの方法により、相対速度変動はガラスに対して 1X10⁻⁴まで、アルミニウム合金 に対して 3X10⁻⁴まで向上した。また、Meek ら⁶⁾ は、Chou と Khuri-Yakub ら⁷⁾ が開発した縦 波と横波を同時に励起させる音響レンズを用いて、アルミナの相対速度変動を0.5X10⁻⁴まで 向上させた。しかし、戸田らの距離 Z に対応して受信信号強度を調整し、さらに多数回測定す る方法は多くの時間を必要とする。また、Meek らの特殊な音響レンズは現在のところ市販さ れていない。

超音波顕微鏡による漏洩表面波速度の測定精度は、V(Z)曲線の周期△Zの算出精度に依存 する。V(Z)曲線は、△Zの周期成分と焦点に近づくにつれて山形に増加するバックグラウン ドと呼ばれる極低周期成分の和である。バックグランドを除去することにより、周期△Zが明 確になり、漏洩表面波速度の測定精度が向上する。櫛引ら⁸⁾は、漏洩表面波が励起されない 鉛やテフロンのV(Z)曲線を予め測定しておき、測定対象のV(Z)曲線から鉛やテフロンのV (Z)曲線を差し引く方法を提案している。しかし、この方法ではV(Z)曲線測定時の温度差や 試料と音響レンズの垂直度による誤差などが含まれることが考えられる。また、戸田らやMeek らが開発した特殊な超音波顕微鏡を用いれば、検出される相対速度変動の向上が図れるが、特 殊な超音波顕微鏡の開発には多くの時間と費用が必要と考えられる。これらの理由から、市販 の超音波顕微鏡に改造を施し変動の少ないV(Z)信号の収録を行うとともに、V(Z)曲線に 現れる周期△Zを精度良く定めるデジタル信号処理方法(計算によるバックグラウンド除去)

- 9 -

を開発し、表面波速度変動の低下を図った。

市販の超音波顕微鏡を用いる場合、音響レンズと試料の間の距離Zを高精度で検出すること と受信信号の変動を小さくすることが必要である。そこで、超音波顕微鏡の制御プログラムを 改造し、外付けした高精度変位計の出力をA/D変換器を介してパーソナルコンピュータで距離 Zを測定した。また、受信される超音波の信号はその平均回数を増やすことで変動を小さくし た。次に、周期△Zを精度良く定めるデジタル信号処理方法によって、測定対象のV(Z)曲線 から最小自乗法によりバックグラウンド関数を求めた。まず、V(Z)曲線のレンズ内部反射に 起因する高周波成分をFFT解析とIFFT解析を組み合わせて除去し、V(Z)曲線を平滑化した。 次にV(Z)曲線の周期△Zの極値を与える位置で切り出したV(Z)曲線を指数関数で近似し、 得られた関数をバックグラウンド関数とした。

相対速度変動の検証は溶融石英ガラス(T4040)と多結晶アルミニウム合金(A2017-T3)で行っ た。その結果、相対速度変動は、前者では7.8X10⁻⁵、後者では1.5X10⁻⁴になり、これらの値 は特殊な超音波顕微鏡を用いた報告^{2),3),4),5),6),9)}と同程度であり、10MPa程度の応力を 検出するために必要な10⁻⁴オーダの相対速度変動が検出できるようになった。

2.2 V(Z)曲線

図2-1は超音波顕微鏡に用いられる音響レンズの断面図である。V(Z)曲線とは、音響レ ンズと試料間の距離Zを変化させたときに得られる超音波受信強度の変化である(図2-2参 照)。音響レンズと試料の間は接触媒質として水が用いられる。音響レンズから放射された超 音波は、水中の二つの経路を通ってレンズに戻ってくる。一つは図2-3に示すようにZ軸に 沿う垂直反射波#A(A₀→A₁→A₀)である。他方は図2-4に示すように臨界角 θ で試料に 入射し、漏洩表面波にモード変換し、B₁B₂に沿って伝播し、水中に放出された表面波#B (B₀→B₁→B₂→B₃)である。櫛引ら⁸⁾は#Aと#Bの組み合わせにより、V(Z)曲線が次 式で示されると仮定した。

$$V(Z) = V_{L}(Z) + V_{I}(Z)$$
 (2-1)

ここで、 $V_{L}(Z)$ は超音波の垂直反射波信号(図2-5参照)であり、 $V_{I}(Z)$ は#Aと#Bの バースト波の干渉信号(図2-6参照)である。この $V_{I}(Z)$ の周期 ΔZ を用いて境界面上を伝 播する漏洩表面波の速度が得られる¹⁰⁾。



図2-1 音響レンズ断面図



図2-2 溶融石英ガラス(T4040:東芝セラミックス製)のV(Z)曲線





#Aと#Bの位相変化 ϕ A(Z)と ϕ B(Z)は、次式で示される。なお、A₀A₁などは図2 -1中で示した記号間の距離を示す。

$$\phi_{A}(Z) = 2 \overline{A_{0}A_{1}} k_{w} = 2(Z'-Z)k_{w}$$

$$\phi_{B}(Z) = (\overline{B_{0}B_{1}} + \overline{B_{2}B_{3}})k_{w} + \overline{B_{1}B_{2}}k_{R}$$

$$= 2(Z'-Z/\cos\theta)k_{w} + 2Zk_{R}\tan\theta$$
(2-3)

ここで、 k_w は水中の音波の波数、 k_R は表面波の波数である。これらの波数は超音波の周波数をf、水の音速を v_w 、漏洩表面波速度を v_R として次式で与えられる。

$$k_{w} = 2 \pi f / v_{w}$$

$$(2-4)$$

$$k_{\rm R} = 2 \pi f / v_{\rm R} \tag{2-5}$$

臨界角日はスネルの法則より、次式で示される。

$$\theta = s \text{ i } n^{-1} (v_w / v_R) \tag{2-6}$$

距離Zの単位長さ当りの#Aと#Bの相対位相変化 (Z)は、次式で示される。

$$\phi(Z) = (\phi_{A}(Z) - \phi_{B}(Z)) / Z$$
$$= 2 \{k_{w}(1 - 1 / \cos \theta) + k_{R} \tan \theta\}$$
(2-7)

上式において、位相差($\phi_A(Z) - \phi_B(Z)$)が2 π の時に各信号が強調され、 V(Z)曲線に周期 ΔZ が生じる。

$$\frac{2\pi}{\Delta Z} = 2\left(\frac{2\pi f}{v_{w}}, \frac{\cos\theta - 1}{\cos\theta} + \frac{2\pi f}{v_{R}}, \frac{\sin\theta}{\cos\theta}\right)$$
$$\frac{1}{\Delta Z} = \frac{2f(1 - \cos\theta)}{v_{w}}$$
(2-8)

上式を変形し、次式が得られる。

$$\cos \theta = 1 - v_{w} / 2 f \Delta Z$$
(2-9)

上式と式(2-6)から、漏洩表面波速度 V_Rが次式で示される¹⁰⁾。

$$v_{R} = v_{w} / s \text{ in } \theta$$

= $v_{w} / \{ 1 - (1 - v_{w} / 2 \text{ f } \Delta \text{ Z})^{2} \}^{0.5}$ (2-10)

上式から明かなように、漏洩表面波速度 v_Rは周期△Zに支配される。換言すれば、漏洩表 面波速度の高精度測定には分散の少ない V(Z)曲線の収録と、それに基づく周期△Zの高精度 算出が必要になる。また、水の音速 v_wは温度に依存するので、水温を安定させること、その 高精度測定も必要である¹¹⁾。

2.3 超音波顕微鏡の改造

V(Z)曲線測定のために用いた超音波顕微鏡はオリンパス光学工業(株)のUH3で、主に195MHz の線集束レンズを使用した。

市販の超音波顕微鏡のV(Z)曲線測定に関する仕様を表2-1に、その概略を図2-7に示 す。漏洩表面波速度の高精度測定には距離Zの正確な取り込みが必要であるが、市販仕様の距 離Zの読み取り分解能は0.5µmである。例えば、漏洩表面波速度が約3400m/s⁹⁾の溶融石英 ガラスについて、水温20度(水中音速1482m/s)で195MHzの線集束レンズを使用した場合の周 期△Zは、式(2-10)から37.0µmになる。測定誤差により周期△Zが37.5µmになった場合 に求められる漏洩表面波速度は3422m/sとなり、20m/s以上の音速測定誤差が生じ、高精度で 漏洩表面波速度を算出するには不十分である。したがって、距離Zを高精度で測定するための 改造が必要になる。

INCREMENT of DEFOCUS DISTANCE	1µm
MONITOR of DEFOCUS DISTANCE	0.5µm
AVERAGING of V(Z)SIGNAL	3





図2-7 市販超音波顕微鏡の概略図

2.3.1 距離Zの高精度測定

前述のように、市販の超音波顕微鏡の距離Ζの分解能は0.5μmであり、漏洩表面波速度を 高精度で算出するのに不十分である。また、距離Ζはステッピングモータとボールねじの機構 により与えられる。その送り精度はボールねじのリードなどの加工精度に依存し、常に等間隔 であるとは限らない。そこで、距離Ζの送り精度を把握するため、10μm間隔の指示を与え た場合の送り量を分解能0.01μmのレーザ変位計(キーエンス社、センサ:LC-2420、アンプ: LC-2400)で実測した。実測値のヒストグラムを図2-8に示す。送り量の平均値は10.007μ m、標準偏差は0.355μmであった。この不規則な距離Ζの送りを高精度で測定するために、分 解能0.16μmの接触式変位計(表2-2参照)を外付けした。測定対象物が静止している場合 の変位計出力信号の時間波形を図2-9に、その周波数分析結果を図2-10に示す。変位計 の出力信号には60Hzと120Hzの電源ノイズや16Hzの変位計の内部ノイズが含まれていた。電 源および内部ノイズのレベルは、それぞれ-86dB(=0.004μm:0dB→1V→80μm(変位計校正 値))と-72dB(=0.020μm)であった。そこで、10Hzのローバスフィルタ(表2-3参照)を用い

-14-

て、これらのノイズレベルを低減させた。その結果を図2-11と図2-12に示す。電源ノイ ズは-82dB(=0.006 μm)になりやや増加したが、内部ノイズは半分のレベルになり-78dB (=0.010 μm)であった。

ローパスフィルタ通過後の変位出力信号は、A/D変換器(表2-4参照)を介してパーソナル コンピュータに入力した。変位の測定精度は、変位信号を多数回加算平均することで向上す る。しかし、平均回数が増えるとV(Z)曲線の測定時間が長くなり、測定部の温度上昇を招 き、水の音速を変化させ、漏洩表面波速度の算出精度に影響を与える。したがって、適切な平 均回数を定めなければならない。そこで、距離Zの送り指示0.5 μmと0.1 μmで、平均回数 を8回、16回、32回と変化させた場合の変位信号変動を調べた。このヒストグラムを図2-13と図2-14に示す。平均回数8回では標準偏差が大きく、その平均値は指示値と一致しな いが、16回以上では比較的安定した。そこで、V(Z)曲線の測定時の変位信号の平均回数は 16回とした。



図2-8 デフォーカス量送りのヒストグラム

表 2 - 2	接触式変位計仕様
---------	----------

ТҮРЕ	KEYENCE SENSOR:AT2-52 KEYENCE AMP:AT2-301
OUTPUT VOLTAGE	± 5V
SENSING RANGE	\pm 0.4mm(FULL SCALE)
LINIARITY	4μm(0.5% F.S)
SENSING RESOLUTION	0.16μm(0.05% F.S)
FREQUENCY RESPONCE	~ 20Hz



- 図2-9 接触式変位計出力信号
 - L.P.F. 通過前時間波形



表2-3 ローパスフィルタ(DCアンプ)仕様

ТҮРЕ	NEC San-ei 6L01
OUTPUT VOLTAGE	± 10V
LOW PASS FILTER	10Hz



- 図 2-11 接触式変位計出力信号 L.P.F.
 - (10Hz)通過後時間波形



図 2-12 接触式変位計出力信号 L.P.F.

(10Hz)通過後周波数分析結果

表 2 - 4	A/D変換器仕様

ТҮРЕ	NATIONAL INSTRUMENT PC-LPM-16
INPUT VOLTAGE	± 5V
RESOLUTION	12bit
SAMPLING FREQUENCY	50kHz



-17-



2.3.2 V(Z)信号の測定

UH3の標準仕様では、256 段階(=8ビット)で受信した超音波の信号強度を3回平均した値 をV(Z)として用いている。多数回の加算平均により変動の少ないV(Z)曲線の収録ができる が、平均回数を増やすとV(Z)曲線の測定時間が長くなり、前述の理由により漏洩表面波速度 の算出精度に影響を与える。したがって、適切な平均回数を定めなければならない。そこで、 V(Z)の値が133段階から134段階の場合で、平均回数とV(Z)の値の関係を調べた。その結 果(図2-15)に基づき平均回数を16回とした。



図2-15 V(Z)信号ヒストグラム

-19-

2.3.3 V(Z)曲線の測定

通常、線集東レンズと試料間の接触媒質として水滴が用いられる。しかし、水滴は熱容量が 小さく、それに超音波を連続入射すると水滴の温度が上昇してしまう。水温の上昇は水の音速 を変化させ、漏洩表面波速度の算出精度に影響を与える。そこで、熱容量が大きい水槽中に試 料を固定した。さらに測定中の雰囲気温度の変化を小さくするために、図2-16に示すよう に超音波顕微鏡の測定部をビニールシートで囲んだ。

水温Tは線集東レンズ近くに軽く固定したサーミスタで測定し、次式により水の音速 v_wを算出した¹²⁾。

 $v_w(T) = -0.04184 T^2 + 4.821669 T + 1402.669$

(2-11)

V(Z)曲線の1回の測定時間は約5分で、その間の温度上昇は0.02K以内であった。 改造前後の超音波顕微鏡の仕様を表2−5に、改造後の概略図を図2−17に示す。また、 付録1にV(Z)曲線の測定方法を示した。



図 2-16 超音波顕微鏡測定部

	ORIGINAL SAM	IMPROVED SAM
INCREMENT of DEFOCUS DISTANCE	1.0µm	0.5µm
MONITOR of	0.5µm	0.16µm
DEFOCUS DISTANCE	ENCORDER	DISP.SENSOR
AVERAGING of V(Z)SIGNAL	3 TIMES	16 TIMES
BACKGROUND REMOVAL of V(Z)CURVE	(FFT & IFFT)	FFT & IFFT CURVE FITTING
FINDING MAXIMUM of	USING DISCRETE	USING
SPATIAL FREQUENCY	DATA	CURVE FITTING

表2-5 超音波顕微鏡の市販仕様と改造後仕様の比較



図2-17 改造超音波顕微鏡の概略図

2. 4 周期△乙の高精度算出

図2-2に示したようにV(Z)曲線は、漏洩表面波速度に対応する△Zの周期成分と、焦点 に近づくにつれて山形に増加する極低周期成分の和である。後者は一般にバックグラウンドと 呼ばれ、それを除去することにより周期△Zが明確になり、漏洩表面波速度の測定精度が向上 する。櫛引ら⁸⁾の提案した漏洩表面波が励起されない鉛やテフロンのV_L(Z)曲線をバックグ ラウンドとして用いる方法では、V(Z)曲線測定時の温度差や試料と音響レンズの垂直度によ る誤差などが含まれることが考えられる。そこで、測定対象のV(Z)曲線から最小自乗法に よりバックグラウンド関数を推定する方法を提案する。

範囲の特定には、V(Z)曲線の周期△Zの極値を与える位置を利用することが適している。 その準備として、FFT解析と IFFT解析を組み合わせて、レンズ内部反射に起因する高周波成 分を除去し、V(Z)曲線を平滑化した。次いで切り出したV(Z)曲線を指数関数で近似し、得 られた関数をバックグラウンド関数とした。これらの算出方法の詳細を以下で述べる。

2.4.1 周期△乙の高精度算出方法

算出方法の概略を図2-18に示す。

2.4.1.1 スプライン補間¹³⁾による等間隔データへの修正

距離Zの送り間隔は、駆動系を構成するボールねじのリードの加工精度などに影響され等間 隔でない。今、図2-18(B)に示すように、i番目のデータの読み取り位置をZ_i'、その位 置の出力信号をV(Z_i')、送り間隔を ΔZ_i '(=Z_{i-1}'-Z_i')とする。FFT解析により周期 ΔZ を算出する際には、等間隔な ΔZ に対応するV(Z)曲線が必要である。そこで、距離Z_i 'をもとにV(Z_i')をスプライン補間し、図2-18(C)に示すように等間隔な ΔZ_i に対応す るV(Z_i)を求める。なお、本来なら、送り間隔を ΔZ と表現するが、周期 ΔZ との混乱を避 けるために、アンダーラインを付けた ΔZ を用いて表現した。

n+1個のデータ(Z_0 , V(Z_0)), (Z_1 , V(Z_1)), ·, (Z_n , V(Z_n))が与えられたときのス プライン関数を $S_i(Z)$ の3次関数とする。ただし、 $Z_{i-1} < Z_i$ とする。

$$S_{j}(Z) = A_{j}(Z - Z_{j-1})^{3} + B_{j}(Z - Z_{j-1})^{2} + C_{j}(Z - Z_{j-1}) + D_{j}$$
(2-12)

定数項 D_i は $Z = Z_{i-1}$ とすると、次式で示される。

$$D_{j} = S_{j} (Z_{j-1}) = V(Z_{j-1})$$
(2-13)

式(2-12)の両辺を微分して、

$$S_{j}'(Z) = 3 A_{j}(Z - Z_{j-1})^{2} + 2 B_{j}(Z - Z_{j-1}) + C_{j}$$
 (2-14)

$$S_{j}''(Z) = 6 A_{j}(Z - Z_{j-1}) + 2 B_{j}$$
 (2-15)

これらの式でjをj+1に書き換えると、



図 2-18 周期 △ Z 算出方法

$$S_{j+1}'(Z) = 3 A_{j+1}(Z - Z_j)^2 + 2 B_{j+1}(Z - Z_j) + C_{j+1}$$
 (2-16)

$$S_{j+1}$$
 (Z) = 6 A_{j+1} (Z - Z_{j}) + 2 B_{j+1} (2-17)

今、 $Z_j \ge Z_{j-1}$ の間隔を h_j ($j = 1, 2, \dots, n$)とおき、式(2-12)と式(2-13)に $Z = Z_j$ を代入 すると、

$$V(Z_{j}) = A_{j}(Z_{j} - Z_{j-1})^{3} + B_{j}(Z_{j} - Z_{j-1})^{2} + C_{j}(Z_{j} - Z_{j-1}) + V(Z_{j-1})$$

= $A_{j}h_{j}^{3} + B_{j}h_{j}^{2} + C_{j}h_{j} + V(Z_{j-1})$ (2-18)

上式の両辺を h_j で割り、($V(Z_j) - V(Z_{j-1})$)/ $h_j = u_j$ とおけば、

$$h_{j}^{2}A_{j} + h_{j}B_{j} + C_{j} = u_{j}$$
 (j = 1,2,..., n) (2-19)

次に式(2-14)と式(2-16)に $Z = Z_j$ を代入し、スプライン関数の1次導関数が区間 $[Z_0, Z_n]$ で連続である条件を考慮すると次式が得られる。

$$3 h_{j}^{2} A_{j} + 2 h_{j} B_{j} + C_{j} - C_{j+1} = 0 (j = 1, 2, \dots, n-1)$$
(2-20)

同様にスプライン関数の2次導関数が区間[Z_0 , Z_n]で連続である条件を考慮し、式(2-15) と式(2-17)に $Z = Z_j$ を代入すると次式が得られる。

$$3 h_{j} A_{j} + B_{j} - B_{j+1} = 0$$
 (j = 1,2,.., n - 1) (2-21)

式(2-19)と式(2-20)からA_jを消去して、

$$h_{j}B_{j} + 2C_{j} + C_{j+1} = 3u_{j}$$
 (j = 1,2,.., n-1) (2-22)

同様に式(2-20)と式(2-21)からA_jを消去して、

$$h_{j}B_{j} + h_{j}B_{j+1} + C_{j} - C_{j+1} = 0$$
 (j = 1,2,.., n-1) (2-23)

式(2-22)と式(2-23)から、

$$-h_{j}B_{j+1} + C_{j} + 2C_{j+1} = 3u_{j} \quad (j = 1, 2, \dots, n-1)$$
(2-24)

式(2-24)で番号 jを j-1に1つずらし

$$-h_{j-1}B_{j}+C_{j-1}+2C_{j}=3u_{j-1} \quad (j=2,3,\cdots, n-1)$$
(2-25)

式(2-22)と式(2-25)からB」を消去する。

$$h_{j-1}h_{j}B_{j}+2h_{j-1}C_{j}+h_{j-1}C_{j+1}=3h_{j-1}u_{j}$$
(2-26)

$$-h_{j-1}h_{j}B_{j}+h_{j}C_{j-1}+2h_{j}C_{j}=3h_{j}u_{j-1}$$
(2-27)

式(2-26)と式(2-27)の両辺を加えると次式が得られる。

$$h_{j}C_{j-1} + 2(h_{j-1} + h_{j})C_{j} + h_{j-1}C_{j+1}$$

= 3(h_{j}u_{j-1} + h_{j-1}u_{j}) (j = 2, 3, .., n-1) (2-28)

 $C_1 \geq C_n \operatorname{id} Z_0 \geq Z_n$ での接線の傾きで与えられ、連立方程式(2-28)から C_2, \dots, C_{n-1} が定まる。これらの値を式(2-26)に代入すれば B_1, B_2, \dots, B_{n-1} が次式のように示される。

$$B_{j} = (3 u_{j} - 2 C_{j} - C_{j+1}) / h_{j}$$
(2-29)

式(2-29)からB_nが求められ、次式で示される。

$$B_{n} = (3 u_{n-1} - 2 C_{n} - C_{n-1}) / h_{n-1}$$
(2-30)

式(2-19)より、 A_1 , A_2 , …, A_n が次式で与えられる。

$$A_{j} = (u_{j} - h_{j}B_{j} - C_{j})/h_{j}^{2}$$
 (j = 1,..., n) (2-31)

以上からスプライン関数 $S_{j}(Z)$ の係数 A_{j} 、 B_{j} 、 $C_{j}(j=1,\dots,n)$ が得られる。スプライン関数 $S_{j}(Z)$ により、等間隔な<u> ΔZ_{i} </u>に対応する $V(Z_{i})$ が求められる。

2.4.1.2 FFT解析と IFFT 解析による高周波成分の除去

次いで、FFT解析とIFFT解析を組み合わせ、レンズ内部反射に起因する高周波成分を除去し、V(Z)曲線を平滑化した。

フーリエ変換の定義式は次式で示される^{14), 15)}。ここでωは角周波数、jは虚数単位を示 す。

$$U(\omega) = \int_{-\infty}^{\infty} V(Z) e \times p(-j \omega Z) d Z$$

=
$$\int_{-\infty}^{\infty} V(Z) (c \circ s \omega Z - j s i n \omega Z) d Z$$
 (2-32)

フーリエ逆変換の定義式は次式で与えられる。

$$V(\omega) = \frac{1}{2\pi} \int_{-\infty}^{\infty} U(\omega) \exp(-j\omega Z) d\omega$$
 (2-33)

式(2-32)の積分範囲は $-\infty$ から ∞ である。しかし、現実に測定されるV(Z)のデータは有限個 で離散的である。コンピュータを用いてフーリエ変換を定義する場合、上式は次式のように書 き改められる。ここで<u> ΔZ </u>は距離Zのサンプリング間隔、 $\Delta \omega$ は角周波数の間隔、Nはデータ 数(= 2ⁿ: nは正の整数)である。

$$U_{k}(\omega) = \sum_{i=1}^{N} V_{i=1}[\cos(k i \Delta \omega \Delta Z) - j \sin(k i \Delta \omega \Delta Z)] \Delta Z$$
$$= Re(u_{k}) + Im(u_{k}) \quad (k = 1, \dots, N)$$
(2-34)

式(2-34)で得られた実数部R $e(u_k)$ と虚数部 I $m(u_k)$ のうち、音響レンズの内部反射成分 に対応する高周波成分の実数部R $e(u_k)$ と虚数部 I $m(u_k)$ を零とする(図 2 – 18(E))。

R e (
$$u_k$$
) = 0
I m(u_k) = 0 (k = h,..., N-h+1) (2-35)

次に、実数部R e (u_k)と虚数部 I m(u_k)を IFFT解析すると($\boxtimes 2 - 18(F)$)、平滑化された V(Z)曲線が得られる($\boxtimes 2 - 18(G)$)。これによりV(Z)曲線の切り出し位置の特定が容易 になる($\boxtimes 2 - 18(H)$)。 2.4.1.3 パラメトリック最小自乗法¹³⁾によるバックグラウンドの推定

バックグラウンド $V_L(Z_i)$ が指数関数で示されることが理論的に証明されている¹⁶⁾。そこで、指数関数近似のパラメトリック最小自乗法により、バックグラウンド $V_L(Z_i)$ を推定する(図2-18(I))。

 $V_{L}(Z_{i})$ が次式で示されるとし、パラメータ Z_{a} と γ を求める。

$$1 - V_{L}(Z_{i}) = e \ge p\{(-Z_{i} / Z_{0}) \ \gamma\}$$
(2-36)

上式を変形して次式の様に表す。

$$\ln \left[1 - V_{L}(Z_{i})\right] = - (Z_{i} / Z_{0}) \gamma$$

$$\ln \left\{\ln \left[1 - V_{L}(Z_{i})\right]\right\} = -\gamma \ln Z_{i} + \omega \ln Z_{0} \qquad (2-37)$$

ここで次のように定義する。

- $X = 1 n Z_{i}$ (2-38)
- $Y = 1 n\{1 n[1 V_{L}(Z_{i})]\}$ (2-39)
- $A = -\gamma \tag{2-40}$

$$B = \gamma \ln Z_0 \tag{2-41}$$

これらを用いて式(2-37)は次式の形で表される。

 $Y = A X + B \tag{2-42}$

係数A、Bより γ とZ。が定まる。

 $\gamma = -A \tag{2-43}$

$$Z_{0} = e \times p(-B/A)$$
(2-44)

式(2-43)、式(2-44)を式(2-36)に代入しV_L(Z_i)が求められる。

図 2 – 19 に櫛引ら⁸⁾ がバックグラウンドと見なしたテフロンのV(Z)曲線を示す。また、 溶融石英ガラスのV(Z)曲線から推定したバックグラウンド関数V_L(Z)と、テフロンのV (Z)曲線を図 2 – 20 にあわせて示す。測定対象のV(Z)曲線から計算で求めたバックグラウ ンド関数V_L(Z)は、テフロンのV(Z)曲線に近い形状であり、バックグラウンドを計算で求 める方法は有効と考えられる。



図2-19 テフロンのV(Z)曲線





2.4.1.4 バックグラウンドの除去

次にバックグラウンド $V_{L}(Z_{i})$ を $V(Z_{i})$ から除去した $V_{i}(Z_{i})$ を求める(図2-18(J))。

$$V_{i}(Z_{i}) = V(Z_{i}) - V_{L}(Z_{i})$$
(2-45)

2.4.1.5 FFT 解析による周期△Zの算出

整数個の周期△Zに対して、FFT解析を用いることで、その算出精度は向上する。この理由 は4.2.1で後述する。そこで、FFT解析を行うためにゼロクロス点でV(Z)曲線を切り出 す(図2-18(K))。

FFT 解析の分解能△f₂は次式に示すようにデータ数Nが大きいほど向上する。

$$\Delta f_{z} = 1 / (N \underline{\Delta Z})$$
(2-46)

そこで $V_1(Z_i)$ の両端に零を付け加え、データ数Nを8192個として(図2-18(L))、FFT解 析した(図2-18(M))。FFT解析結果で最大値を与えるパワースペクトルピーク前後の値を含 めた5個のデータを最小乗自法で放物線近似し、ピークを与える位置を周期 Δ Zとした(図2-18(N))。

2. 4. 2 周期△乙の高精度算出プログラム

以上の処理のために、図2-21と図2-22のプログラムを開発した。

①解析用プログラム1 [VZ-FIT.BAS]

図2-18(A)から図2-18(K)までの処理を行う。

②解析用プログラム2 [VZ-FFT.BAS]

図2-18(L)から図2-18(N)までの処理を行う。

なお、これらのプログラムの使用方法を付録2に示した。



図2-21 解析プログラム1 [VZ-FIT.BAS] フローチャート -30-



図2-22 解析プログラム2 [VZ-FFT.BAS] フローチャート

2.5 漏洩表面波速度測定結果

改造した超音波顕微鏡と、考案したデジタル信号処理方法を用いて、溶融石英ガラスと多結 晶アルミニウム合金の漏洩表面波速度を測定し、改造と信号処理方法の効果を確認した。

2.5.1 溶融石英ガラス漏洩表面波速度測定結果

溶融石英ガラス(東芝セラミックス製T4040)に対して、漏洩表面波速度を同一点で8回測定 した結果を表2-6に示す。測定された漏洩表面波速度の平均値は3448m/sであった。この値 は、櫛引ら¹⁶⁾の225MHz線集束レンズによる測定結果3433m/s、川嶋ら¹⁷⁾の36MHz線集束超 音波センサによる測定結果3429m/sに近い値であった。また、標準偏差は0.27m/sであり、相 対速度変動は7.8X10⁻⁵(=0.27/3448)になり、この値は他の報告^{2),3),4),5),6),9)と同程度 である。}

自由表面波速度 v_nは、次式の関係より、縦波速度 v₁と横波速度 v_nから求められる¹²⁾。

$$\alpha^{6} - 8 \alpha^{4} + (2 4 - 1 6 \beta^{2}) \alpha^{2} - 1 6 (1 - \beta^{2}) = 0$$
(2-47)

$$zz \tilde{c} \quad \alpha = v_{R} / v_{T}, \quad \beta = v_{T} / v_{L} \tilde{c} \delta \delta.$$

5 MHzの直接接触法で測定した溶融石英ガラスの縦波速度は5960m/s、横波速度は3777m/sであり¹⁷⁾、これらの値を用いて上式から自由表面波速度を算出すると、3434m/sになる。この計算値と今回の測定値との差は0.4%程度であり、本測定法により漏洩表面波速度が高精度で測定されたと考えられる。

2.5.2 多結晶アルミニウム合金漏洩表面波速度測定結果

図2-23に示す組織を持つ多結晶圧延アルミニウム合金(A2017-T3)に対して、表面波の伝 播方向を圧延方向と一致させ、漏洩表面波速度を同一点で8回測定した。この結果を表2-7 に示す。なお、多結晶アルミニウム合金の平均粒径は圧延方向が30μm、圧延直角方向が26 μmである。漏洩表面波速度は試料の面粗度に影響されることから¹⁸⁾、多結晶アルミニウム 合金の表面は2000番のエメリペーパーで仕上げた後、バフ研磨した。測定された漏洩表面波 速度2935m/sは、材質が異なり単純に比較できないが、Leeら¹⁹⁾のアルミニウム合金(A6061-T6)の測定値2928m/sに近い値であった。また、標準偏差は0.52m/sで、相対速度変動は1.5X 10⁻⁴で、溶融石英ガラスの場合の約2倍の値であった。

- 3 2 -

5 MHz 直接接触法で測定した同一材質の多結晶アルミニウム合金(A2017-T3)の縦波速度は 6346m/s、横波速度は3153m/sであり17)、式(2-47)から算出した自由表面波速度2938m/sは、 今回の測定値2935m/sに極めて近い。同一点で漏洩表面波速度を測定すれば、多結晶アルミニ ウム合金でも極めて分散が小さい音速測定が可能であることが確認できた。

表2-6 溶融石英ガラス (東芝セラミックス製T4040) 表2-7 多結晶アルミニウム合金

漏油耒	三面波	速度測	定結果

No	V _R m/sec
1	3447.59
2	3447.69
3	3448.11
4	3448.02
5	3447.68
6	3447.30
7	3447.60
8	3447.01
MEAN	3447.75
σ	0.27

漏洩表面波速度測定結果

(A2017-T3)

No	V _R m/sec	
1	2934.71	
2	2934.41	
3	2934.54	
4	2935.38	
5	2934.35	
6	2935.40	
7	2934.08	
8	2935.30	
MEAN	2935.30	
σ	0.52	



図 2-23 多結晶アルミニウム合金(A2017-T3)組織
2.6 結言

漏洩表面波速度を相対速度変動10-4程度で測定できる方式を開発した。

市販の超音波顕微鏡を用いる場合、距離Zを高精度で検出することと、受信信号の変動を小 さくすることが必要である。そこで、V(Z)曲線の収録と同時に、距離Zは外付けした高精度 変位計で測定した。また、受信される超音波の信号はその平均回数を増やすことで変動を小さ くした。次に、V(Z)曲線に現れる周期△Zを精度良く定めるデジタル信号処理方法を考案し た。測定対象物のV(Z)曲線から、バックグランドを指数関数で近似することにより、周期△ Zを明確にすることができ、漏洩表面波速度の測定精度が向上させることができた。

溶融石英ガラス(T4040)と多結晶アルミニウム合金(A2017-T3)の相対速度変動は、前者で 7.8X10⁻⁵、後者で1.5X10⁻⁴になり、これらの値は特殊な超音波顕微鏡を用いた報告と同程度 であり、10MPa程度の応力を検出するために必要な10⁻⁴オーダの相対速度変動が検出できる ようになった。

参考文献

- 1) 岩清水,音弾性法,最新:応力ひずみ測定評価技術,総合技術センタ,(1992),310.
- 2) 戸田·坂中·福岡,日本機械学会講演論文集 No.924-1(1992),10.
- 3) 福岡・戸田・平尾, 音弾性の基礎と応用, オーム社, (1993), 59.
- 4) 戶田·田坂·福岡, 日本機械学会論文集 A-57-537(1991), 1216.
- 5) 戸田·坂中·福岡、機講論 924-1(1992), 10.
- 6)Meeks.S.W., Peter.D., Horne.D., Young.K., and Novotny.V., Appl.Phys.Lett.55-18(1989),1835.
- 7)Chou.C.H., Yakub.B.T., IEEE TRANS.UFFC, 36(1989), 337.
- 8)Kushibiki.J. and Chubachi.N., IEEE Trans.Sonic.Ultrason., SU32-2(1985), 189.
- 9)Kushibiki.J., Wakahara.T., Kobayashi.T., and Chubachi.N., IEEE Ultrason.Sump. (1992),719.
- 10)Parmon.W. and Bertoni.H.L., Electron.Lett., Vol.15(1979), 179.
- 11)Briggs.A., Acoustic Microscopy,Oxford Univ.Press,Oxford(1992),148.
- 12)Briggs.A., Acoustic Microscopy, Oxford Univ.Press, Oxford(1992), 35.
- 13)Ruckdeschel.F.R., BASIC サブルーチン集2上,現代数学社.
- 14)日野幹雄,スペクトル解析,朝倉書店.
- 15)南茂雄,科学計測のための波形データ処理,CQ出版.
- 16)小野·櫛引·中鉢,信学技報US94-51(1994),29.
- 17)川嶋・藤井・佐藤,第3回超音波による非破壊評価シンポジウム講演論文集(1996),61.
- 18)Lee.Y.C., Achenbach.J.D. and Kim.J.O., Review of Progress in QNDE(1993), Vol.12,1971.
- 19)Lee.Y.C., Kim.J.O. and Achenbach.J.D., Review of Progress in QNDE(1994), Vol.13,2025.

第3章 超音波顕微鏡による多結晶アルミニウム合金の音弾性定数及び応力測定

3.1 緒言

一般に金属材料の応力-ひずみの関係は、弾性範囲内では通常比例関係にあるとみなされる。しかし、厳密には応力を受けると材料の弾性定数はわずかであるが変化し、応力-ひずみの関係は非線形になる。この弾性定数の変化は材料中を伝播する音速の変化をもたらす。この音速変化を利用し、材料中に存在する応力を評価する方法を音弾性法という。

超音波顕微鏡は1mm²以下の微小領域の音響特性評価に対して用いられ、材料表層部の局部 的応力評価に適していると考えられる。超音波顕微鏡を用いた応力測定については、島田ら¹⁾ やLeeら²⁾が高分子材料の負荷応力を、成田ら³⁾が金属と接合したセラミックスの残留応力を 報告している。これら報告では、漏洩表面波速度が超音波顕微鏡で比較的容易に測定できる非 晶質材料を対象としており、多結晶金属材料の応力測定に関する報告は極めて少ない^{2),4)}。

多結晶金属材料の単位応力変化に対する相対速度変化、すなわち音弾性定数は10⁻⁶~10⁻⁵ /MPa程度である⁵⁾。したがって、10MPa程度の応力を測定するためには10⁻⁴オーダの相対速度 変動を検出しなけらばならないが、第2章で述べた方法を用いることにより漏洩表面波速度の 高精密度測定が可能になった。また、観察領域がφ0.1mm程度である場合、多結晶金属材料で は、各結晶粒の方位に依存して弾性特性が変化するので、測定位置の違いで漏洩表面波速度が 大きく変動し、測定位置が数+μm変わるだけで音速が数m/sから数+m/sも変動する⁶⁾。し たがって、応力による音響異方性と個々の結晶粒の方位が漏洩表面波速度に及ぼす影響を分離 するためには、正確な位置決め方法の確立が必要と考えられるが、これに関する詳しい報告例 は見あたらない。

本章では、応力による音響異方性と個々の結晶粒の方位が漏洩表面波速度に及ぼす影響を分離するための正確な位置決め方法を検討し、従来超音波顕微鏡で測定することが極めて困難であった多結晶アルミニウム合金(A2017-T3)について、表面波の音弾性定数K₁、K₂を定めた。 次いで、それを用いて小孔近傍の負荷応力分布を音弾性則により測定し、FEMにより計算した結果と比較した。

3.2 音弾性理論^{7),8),9)}

音弾性法は、応力(ひずみ)により材料中に生じる音響異方性、すなわち超音波の伝播速度の わずかな変化を利用して、応力を評価する方法である。

-36-

通常、金属材料の応力-ひずみの関係はフックの法則に従って弾性範囲内では線形である と仮定されている。しかし、厳密には応力を受けると材料の弾性係数は僅かであるが変化し、 応力-ひずみの関係は非線形になる。音弾性理論はこの非線形性を利用する。

応力(σ_{ij})は2次のひずみ(ε_{k1})まで考慮すると次式で示される。

$$\sigma_{ij} = C_{ijkl} \varepsilon_{kl} + (1/2!) C_{ijklmn} \varepsilon_{kl} \varepsilon_{mn} + \cdots$$
(3-1)

ここでC_{ijk1}、C_{ijk1mn}、・・・は2次、3次、・・・の弾性定数である。材料が等方性の場合、2 次の弾性定数としてラーメの定数入、レが用いられ、弾性定数の簡略表示では次式で示され る。

$$\lambda = C_{1122} = C_{12} \tag{3-2}$$

$$\mu = C_{2323} = C_{44} \tag{3-3}$$

Eをヤング率、νをポアソン比とすれば、λとμは次式で示される。

$$\lambda = E \nu / \{ (1 + \nu) (1 - 2 \nu) \}$$
(3-4)

$$\mu = E / \{ 2(1 + \nu) \}$$
(3-5)

等方性材料の独立な3次の弾性定数 ν_1 、 ν_2 、 ν_3 は次式で示される¹⁰⁾。

$$\nu_{1} = C_{112233} = C_{123} \tag{3-6}$$

$$\nu_{2} = C_{112323} = C_{144}$$
(3-7)

$$\nu_{3} = C_{233112} = C_{456} \tag{3-8}$$

多結晶金属材料では、優先方位の周りに各結晶粒の方位が分布しており、結晶粒の集合組 織によって微弱な異方性が生じている。例えば圧延材の場合、圧延方向や幅方向、厚さ方向が 異方性の主軸方向である。この微弱な異方性を考慮するとき2次弾性定数は次式で表される。

$$C_{11} = (\lambda + 2\mu) + C_{11}, \qquad (3-9)$$

$$C_{12} = \lambda + C_{12}$$
 (3-10)

$$C_{44} = \mu + C_{44},$$
(3-11)

 C_{k1} , は λ 、 μ に比べ十分小さい量として扱うことができる。

空間に固定した直交デカルト座標系において初期変形に重畳した微小振幅の音波を考える。 代表的な物質点の変形前の自然状態(状態 I)の座標をX_k、応力を受けて静的釣り合いのもと にある初期状態(状態 II)の座標をx_kとすると、初期変位u_kは次式で示される。

$$u_{k} = x_{k} - X_{k}$$

$$(3-12)$$

真応力をσ_{ii}とすると、この状態における運動方程式は次式で示される。

$$\rho \partial^2 \mathbf{u}_i / \partial \mathbf{t}^2 = \partial \sigma_{ij} / \partial \mathbf{X}_j$$
(3-13)

ここで ρ は密度、tは時間を示す。音弾性論では、変形前の密度 ρ_0 と変形後の密度 ρ の違いや自然状態座標 X_k と初期状態座標を x_k の差異を考慮しなければならない。今、変形前後の密度比Jを次式で定義する。

$$J = d = t \left(\partial x_{p} / \partial X_{q} \right) = \rho_{0} / \rho$$
(3-14)

見かけの応力(ピオラ・キルヒホフの第2種擬応力)T_{ik}を次式で示す。

$$T_{jk} = J \sigma_{mn} (\partial X_j / \partial X_m) (\partial X_k / \partial X_n)$$
(3-15)

式(3-13)はT_{ik}を用いて次式で示される。

$$\partial \{ T_{ik} (\partial X_i / \partial x_k) \} / \partial X_i = \rho_0 (\partial^2 u_i / \partial t^2)$$
(3-16)

状態 I、IIにおいて X_k 、 x_k の位置にあったと同一の物質点が、さらに微小な変形が重畳された状態IIIに移り、その座標を x_k 、とすると、状態 II からの変位は次式で示される。

$$\mathbf{w}_{k} = \mathbf{x}_{k}' - \mathbf{x}_{k} \tag{3-17}$$

状態Ⅲにおける擬応力T_{jm}'は状態ⅢのひずみE_{1n}を用いて次式で示される。

$$T_{jm}' = T_{jm} + (\partial T_{jm} / \partial E_{ln}) \triangle E_{ln}$$
(3-18)

状態IIIにおける運動方程式は次式で示される。

$$\partial \{ T_{jm} (\partial X_{i} / \partial x_{m}) \} / \partial X_{j} = \rho_{0} (\partial^{2} u_{i} / \partial t^{2})$$
(3-19)

-38-

式(3-16)、式(3-18)と式(3-19)をまとめて整理すると次式が得られる。

$$\partial \{ L_{i j k 1} (\partial W_{k} / \partial X_{1}) \} = \rho_{0} (\partial^{2} W_{i} / \partial t^{2})$$
(3-20)

$$L_{ijkl} = T_{jl} \delta_{ik} + (\partial X_i / \partial X_m) (\partial X_k / \partial X_n) (\partial T_{jm} / \partial E_{ln})$$
(3-21)

初期変形を一様、重畳される変位w_kとして、次式で示される平面波を考える。

$$W_{k} = W_{k} e x p\{ j K(N_{m}X_{m} - v t) \}$$
 (3-22)

ここで W_k は振幅ベクトル、 ω (=2 π f、f:周波数)は角周波数、K(=2 π / λ 、 λ :波 長)は波数、 N_m は単位ベクトルである。波の位相速度 vは次式で示される。

$$\mathbf{v} = \boldsymbol{\omega} / \mathbf{K} \tag{3-23}$$

式(3-22)を式(3-20)に代入し、整理すると次式が得られる。

$$(A_{ik} - \Lambda \delta_{ik})W_k = 0 \tag{3-24}$$

ここで、

$$A_{ik} = L_{ijkl} N_{j} N_{l}$$
(3-25)

$$\Lambda = \rho_0 \mathbf{v}^2 \tag{3-26}$$

である。

表面波の音弾性則を導くには上記に加えて表面の境界条件を考慮する必要がある。以下では 岩清水ら⁹⁾によって導かれた異方性が弱い場合、の表面波の音弾性則について述べる。

初期応力零の等方性体の場合に、式(3-22)の平面正弦波変位W_kは次式を満たさなければならない。

$$(A_{ik}^{0} - \rho_{0}^{v^{2}} \delta_{ik}^{k}) W_{k} = 0$$
(3-27)

 N_m を伝播方向の単位ベクトルとしているので、 A_{ik} ⁰は式(3-25)で与えられるが、このよう に制限しなければ次式が成立する。

$$A_{ik}^{0} = C_{ijkl}^{0} N_{j}N_{l} = \mu N_{m}N_{m}\delta_{ik} + (\lambda + \mu)N_{i}N_{k}$$
(3-28)

-39-

式(3-28)の特性方程式は次式で示される。

$$\{(v \neq v_T^{0})^2 - N_m N_m\}^2 \{(v \neq v_L^{0})^2 - N_m N_m\} = 0$$
(3-29)

ここで、 v_{T}^{0} と v_{L}^{0} はそれぞれ等方性体における横波と縦波の音速を示す。したがって、 $[N_{1}, N_{2}, 0]$ を単位ベクトルにとれば N_{3} は次式のいずれかで与えられる。

$$(N_{3}^{(1)})^{2} = (N_{3}^{(2)})^{2} = (v / v_{T}^{0})^{2} - 1$$
 (3-30)

$$(N_{3}^{(3)})^{2} = (v \neq v_{1}^{0})^{2} - 1$$
(3-31)

この場合、 $0 < v < v_{T}^{0}$ ならば、 N_{3} が虚数になり、式(3-24)は、伝播方向が $X_{3} = 0$ 面に平行でこの面からの距離 X_{3} とともに振幅が変化する波を示す。これによって半無限体の自由表面 $X_{3} = 0$ の表層を伝播するレーリ波の解が以下のようにして求められる。

伝播方向を X_2 方向、深さ方向を X_3 のようにとり($N_1 = 0$, $N_2 = 1$)、

$$N_1^{(L)} = N_1 = 0$$
 (3-32)

$$N_2^{(L)} = N_2 = 1$$
 (L = 1, 2, 3) (3-33)

とする。式(3-30)、式(3-31)に対応して求められるW_kを次式で表す。

$$[W_{1}^{(1)} \quad W_{2}^{(1)} \quad W_{3}^{(1)}] = [W^{(1)} \quad N_{3}^{(1)} - 1]$$
(3-34)

$$[W_1^{(2)} \quad W_2^{(2)} \quad W_3^{(2)}] = [W^{(2)} \quad N_3^{(2)} \quad -1]$$
(3-35)

$$[W_{1}^{(3)} \quad W_{2}^{(3)} \quad W_{3}^{(3)}] = [0 \quad 1 \quad N_{3}^{(3)}]$$
(3-36)

したがって、これら3通りの解の1次結合として次式が得られる。

$$w_{k} = [\Sigma_{L}R_{L}W_{k}^{(L)} exp\{jKN_{3}^{(L)}X_{3}\}]exp\{jK(X_{2}-vt)\}$$
(3-37)

ここでW⁽¹⁾、W⁽²⁾は任意、R_Lは縦波と横波の音速比(= v_L / v_T)である。また、 $\Sigma_L dL = 1, 2, 3$ についての和である。W_k⁽¹⁾ はX₁方向に偏ったSH波モードである。 自由表面での境界条件は、

$$X_{3} = 0$$
 (3-38)

であり、

$$\sigma_{k3} = C_{k3mn} (\partial w_m / \partial X_n)$$

= $\lambda \delta_{k3} (\partial w_m / \partial X_n) + \mu \{ (\partial w_k / \partial X_3) + (\partial w_3 / \partial X_k) \}$ (3-39)

であり、上式に式(3-37)を代入して次式を得る。

$$\Sigma_{\rm L} B_{\rm k}^{\rm (L)} R_{\rm L} = 0 \tag{3-40}$$

ここでB_k^(L)は次式で示される。

$$B_{k}^{(L)} = C_{k3mn} W_{m}^{(L)} N_{n}^{(L)}$$
$$= \lambda \delta_{k3} W_{m}^{(L)} N_{n}^{(L)} + \mu (W_{k}^{(L)} N_{3}^{(L)} + W_{3}^{(L)} N_{k}^{(L)})$$
(3-41)

式(3-25)を摂動法に従って、次式で示す。

$$A_{ik} = L_{ijkl} N_{j} N_{l} = C_{ijkl} N_{j} N_{l} + A_{ik},$$
(3-42)

式(3-30)と式(3-31)にあたる関係N₃^(L) = N₃^(L)(Λ)と、式(3-34)から式(3-36)にあたる関 係W_k^(L)を求めるために、1次の摂動項に、を付け、次式で示す。

$$N_{3} = N_{3}^{0} + N_{3}'$$
(3-43)

$$\Lambda = \Lambda^{0} + \Lambda' \qquad (\mathbf{v}_{R} = \mathbf{v}_{R}^{0} + \mathbf{v}_{R}')$$
(3-44)

$$W_{k} = W_{k}^{0} + W_{k}^{0}$$
 (3-45)

 $(L = 1, 2, 3, W_3^{(1)}, = W_3^{(2)}, = W_3^{(3)}, = 0)$

このときA_{ik}は次式で示される。

$$A_{ik} = C_{ijk1} \circ N_{j} \circ N_{1} \circ + \{C_{ijk1} \circ (N_{j} \circ N_{1}' + N_{1} \circ N_{j}') + A_{ik}'\}$$

= $A_{ik} \circ + A_{ik}'$ (3-46)

式(3-43)から式(3-46)を式(3-24)に代入して次式が得られる。

$$(A_{ik}' - \Lambda' \delta_{ik})W_{k}^{0} + (A_{ik}^{0} - \Lambda^{0} \delta_{ik})W_{k}' = 0$$
(3-47)

上式から N_3 、 W_k 、 と Λ 、の関係が3通り求められる。

自由表面($X_3 = 0$)での境界条件は次式で示される。

$$(L_{i3kn} + C_{imkn} \varepsilon_{3m})(\partial w_k / \partial X_n) = 0$$
(3-48)

したがって、式(3-41)は次式で示される。

$$B_{i}^{(L)} = (L_{i3kn} + C_{imkn} \varepsilon_{3m}) W_{k}^{(L)} N_{n}^{(L)}$$
$$= (C_{i3kn}^{0} + L_{i3kn}^{0} + C_{imkn}^{0} \varepsilon_{3m}) W_{k}^{(L)} N_{n}^{(L)}$$
(3-49)

上式に $N_3 = N_3^0 + N_3$, と3通りの $W_k = W_k^0 + W_k$, を代入して、次式で示す。

$$B_{i}^{(L)} = B_{i}^{(L)0} + B_{i}^{(L)}, \qquad (3-50)$$

上式と $R_L = R_L^0 + R_L$, を式(3-40)に用いて、1次の摂動項の満たすべき関係が得られ、この係数行列式=0から Λ , が求められ、表面波(レーリー波)の音弾性法則が次式で示される。

$$\mathbf{v}_{R} = \mathbf{v}_{R}^{0} \left[1 + \Lambda' / \left\{ 2 \rho_{0} (\mathbf{v}_{R}^{0})^{2} \right\} \right]$$
(3-51)

ここで V_R⁰は無応力の等方性体における漏洩表面波速度である。

岩清水が導いた式(3-51)の状態では応力解析に用いることはできない。そこで、Delsanto らは、表面波音弾性則を次式のように示した⁸⁾。

$$\mathbf{v}_{R_{1}} = \mathbf{v}_{R_{0}}^{0} [1 + \alpha + (1 \neq 2) \{ (K_{1} + K_{2}) (\sigma_{1} + \sigma_{2}) + (K_{1} - K_{2}) (\sigma_{1} - \sigma_{2}) \cos 2\theta]$$
(3-52)

ここで α はの組織異方性、K₁とK₂はx₁方向とx₂方向の音弾性定数である。また、v_{R1}と v_{R2}はx₁方向とx₂方向に伝播する表面波速度である。主応力 σ_1 の方向は 図 3 - 1に示すようにx₁軸に対して θ の角度をなすとする。

式(3-52)で示すように多結晶材料に応力を負荷した場合に生じる音響異方性は、応力に依存する異方性と組織異方性の和である。したがって、音弾性法に基づいて応力を求めるためには、まず、組織異方性を含む無応力状態での超音波伝播速度を測定する。次に、応力負荷時の超音波伝播速度を測定し、先に測定した無応力状態の音速を差し引くことで、応力による音響異方性を得る事ができる。無負荷の場合は式(3-52)より、

-42-



$$\mathbf{v}_{R1}^{0} = \mathbf{v}_{R}^{0} (1 + \alpha) \tag{3-53}$$

また、 $\sigma_1 = \sigma$ 、 $\sigma_2 = 0$ の場合は、

 $v_{R_1} = v_R^0 (1 + \alpha + K_1 \sigma)$ (3-54)

である。式(3-53)と式(3-54)からαが消去され、

$$K_{1}\sigma = (v_{R1} - v_{R}^{0}) / v_{R}^{0}$$
(3-55)

同様にして、次式が得られる。

$$K_{2}\sigma = (v_{R2} - v_{R}^{0}) / v_{R}^{0}$$
(3-56)

応力による音速の変化は音速の10-3程度であり、式(3-55)と式(3-56)は次式で近似できる。

$$K_{1}\sigma = (v_{R1} - v_{R1}^{0}) / v_{R1}^{0}$$
(3-57)

$$K_{2} \sigma = (v_{R2} - v_{R2}^{0}) / v_{R2}^{0}$$
(3-58)

上式により漏洩表面波速度、 \mathbf{V}_{R_1} 、 \mathbf{V}_{R_2} ⁰、 \mathbf{V}_{R_2} ⁰、応力 σ から音弾性定数 \mathbf{K}_1 と \mathbf{K}_2 が求められる。

無応力状態での方向に依存する表面波速度を v_{R_1} [®]とすると、 x_1 方向の音弾性則は次式となる²⁾。

$$(v_{R1} - v_{R1})/v_{R1} = K_1 \sigma_{11} + K_2 \sigma_{22}$$
(3-59)
ここで $\sigma_{11} \ge \sigma_{22}$ は、主応力 $\sigma_1 \ge \sigma_2$ を用いて次式で示される。
-43-

$$\sigma_{11} = (\sigma_1 + \sigma_2) / 2 + (\sigma_1 - \sigma_2) \cos 2\theta / 2$$
(3-60)

$$\sigma_{22} = (\sigma_1 + \sigma_2) / 2 - (\sigma_1 - \sigma_2) \cos 2\theta / 2$$
(3-61)

上式と式(3-59)をまとめると、次式が得られる。

$$(v_{R_{1}} - v_{R_{1}}) / v_{R_{1}} = (K_{1} + K_{2})(\sigma_{1} + \sigma_{2}) / 2 + (K_{1} - K_{2})(\sigma_{1} - \sigma_{2}) \cos 2\theta / 2$$
(3-62)

同様に、x。方向の表面波速度差について次式が得られる。

$$(v_{R2} - v_{R2}) / v_{R2} = K_1 \sigma_{22} + K_2 \sigma_{11}$$
(3-63)

式(3-59)と式(3-63)から、 σ_{11} と σ_{22} が漏洩表面波速度 v_{R1} と v_{R2} を用いて次式で示される。

$$\sigma_{11} = S_{1}(v_{R1} - v_{R1}^{0}) / v_{R1}^{0} + S_{2}(v_{R2} - v_{R2}^{0}) / v_{R2}^{0}$$
(3-64)

$$\sigma_{22} = S_{1} (v_{R2} - v_{R2}^{0}) / v_{R2}^{0} + S_{2} (v_{R1} - v_{R1}^{0}) / v_{R1}^{0}$$
(3-65)

$$S_{1} = K_{1} / (K_{1}^{2} - K_{2}^{2})$$
(3-66)

$$S_{2} = -K_{2} / (K_{1}^{2} - K_{2}^{2})$$
(3-67)

3.3 測定試料

測定試料として、多結晶アルミニウム合金(A2017-T3)を用いた。多結晶アルミニウム合金は 丸棒の押出し材であり、押出し方向の組織異方性が大きく、その中心軸と直交する面の組織異 方性は比較的小さいと考えられる。そこで、中心軸と直交する方向から平面試料を切り出し た。また、試料の切り出しは、放電加工法を用いて機械加工の影響を極力小さくした。図2-23の組織写真から、平均結晶粒径は 30 μ m とみなされる。

3.4 漏洩表面波速度の測定結果

図3-2に多結晶アルミニウム合金(A2017-T3)のV(Z)曲線を示す。図2-2で示した溶 融石英ガラスのV(Z)曲線とは異なり、周期 Δ Zの他に縦波成分と考えられる Δ Zの約2倍 の間隔の成分も含まれている。このV(Z)曲線から、バックグラウンド関数を求める場合、縦 波成分の存在が障害になる。そこで、図2-17(E)の高周波成分除去に加えて、この成分も 除去することで、表面波成分の周期 Δ Zが明確になり、バックグラウンド関数の近似が容易 になった。なお、図3-2中の縦波成分はV(Z)曲線をFFT分析し、周波数領域で周期 Δ Zと異なるビークを取り出し、IFFT した波形である。

3.4.1 測定場所による漏洩表面波速度の変動

無負荷の多結晶アルミニウム合金(A2017-T3)に対して、0.1mm間隔で測定した漏洩表面波速 度を表3-1に示す。測定場所がわずか0.2mm異なるだけで、漏洩表面波速度が約30m/s変化 した。この原因として、以下の事が考えられる。図3-3に示すように、デフォーカス量が-200 μmから-50 μmに対して、表面波の伝播距離は、115 μmから30 μmに変化する。また、 使用した線集束レンズの奥行きは800 μmである。すなわち、超音波照射領域は115X800 μm²から30X800 μm²に変化する。試料の平均結晶粒径は30 μmであるので、超音波照射領 域に含まれる結晶粒数は約120 個から約30 個に変化する。また、多結晶アルミニウム合金の 漏洩表面波速度は約2900m/sであるので、周波数195MHzにおける表面波の浸透深さ(1 波長) は約15 μmになり、多結晶アルミニウム合金の平均結晶粒径 30 μmの約半分である。



図3-2 多結晶アルミニウム合金(A2017-T3)のV(Z)曲線

すなわち、表面波は1つの結晶粒の半分の深さまでしか浸透しない。これらの理由により、 個々の結晶粒の方位の影響が顕著に現れ、漏洩表面波速度が異なったものと考えられる。ま た、このことから音弾性定数を求める際には同一箇所で測定することが極めて重要である。そ こで線集束レンズの位置合わせ方法や引張試験方法を工夫した。

POSITION	DIRECTION X	DIRECTION Y		
(mm)	v_{R} (m/s)	v_{R} (m/s)		
	2926.5	2914.6		
(X,Y) = (0.0,0.0)	2925.4	2916.9		
	2924.9	2917.6		
	MEAN=2925.6	MEAN=2916.4		
S (X,Y)=(0.1,0.1)	2903.7	2894.1		
	2900.5	2896.1		
	2902.9	2894.8		
	MEAN=2902.4	MEAN=2865.0		
	2895.8	2923.1		
T	2894.8	2922.3		
(X,Y)=(0.2,0.0)	2891.4	2923.8		
	MEAN=2894.0	MEAN=2923.1		
U (X,Y)=(0.2,0.2)	2899.7	2898.8		
	2900.6 2897.8			
	2899.1 2896.6			
	MEAN=2899.8	MEAN=2897.7		

表3-1 漏洩表面波速度の場所の違いによる変動



3.4.2 多結晶アルミニウム合金の表面波音弾性定数測定

前述したように、多結晶体では同一箇所で漏洩表面波速度を測定することが極めて重要で ある。線集束レンズでは点集束レンズのように画像観察できないことから、線集束レンズに よる位置合わせは不可能と考えられていたが、付録3に示す方法を用いて正確な位置合わせ を可能とした。すなわち、けがき線を入れた試験片に超音波を放射し、けがき線と線集束レ ンズの中央が一致した時に超音波の反射信号が小さくなることを利用した。

3.4.2.1 試験方法

図3-4に引張試験片の形状を示す。音弾性定数を求めるために、図3-5に示す超音波 顕微鏡用の小型引張負荷装置を製作した。この装置の特徴を次に示す。

- [1]一般の引張試験機の場合、試験片に生じる曲げが作用しないように試験片チャック 軸にユニバーサルジョイントが使用される。しかし、ユニバーサルジョイントを使用 すると、その結合部でスティックスリップが発生し、測定中に測定点が数ミクロン オーダで移動し、同一箇所の漏洩表面波速度の測定が困難になる。そこで、本装置で はロングリーマによる同時一体加工により、試験片チャック軸を案内する2つの穴を 加工し、その同軸度を出し、ユニバーサルジョイントを不要とした。
- [2]応力負荷装置として、戸田ら⁴⁾はエアーシリンダを使用している。エアーシリンダ を使用した場合も、ピストンとシリンダの摺動部でスティックスリップが発生し、測 定点が移動する恐れがある。そこで本装置では、ボルトの押しつけ力により応力を負 荷した。
- [3]接触媒質の熱容量を大きくするために、水槽と本装置を一体化した。
- [4]音響レンズと測定試料の位置関係を目視で確認するために、本装置の水槽に透明な 樹脂の窓を付けた。

負荷応力は試験片中央部の裏側に貼り付けたひずみゲージにより測定したひずみを換算し て求めた。また、測定部の近傍にサーミスタを軽く固定し、水温を測定した。試験片中央部 表側でX方向(引張方向)とY方向(引張と直交方向)の漏洩表面波速度を測定した。

参考として、引張試験片の取り付け状態の様子と超音波顕微鏡上の引張負荷装置を図3-6と図3-7に示す。



図3-4 引張試験片 (単位:mm)



図3-5 引張負荷装置 (単位:mm)



図3-6 引張試験片取り付け状態の様子



図3-7 超音波顕微鏡上の引張負荷装置

3.4.2.2 測定結果

195MHz の線集束レンズで測定した漏洩表面波速度(X,Y方向)と応力の関係を図3-8に 示す。また、別の場所の応力と漏洩表面波速度(X方向)の関係を図3-9に示す。両図におい て無応力でのX方向の漏洩表面波速度は、2922.5m/sと2897.5m/sであり、測定場所の違いに より異なる。しかし、漏洩表面波速度の応力による変化は、-0.7m/s/MPaで同一値であった。 したがって、音弾性定数は場所の影響をほとんど受けないといえる。図3-8、図3-9と式 (3-57)、式(3-58)に基づき求めた音弾性定数は、K₁=-2.4X10⁻⁵/MPa、K₂=0.74X10⁻⁵/MPa であった。これらの値はLee²⁾らのアルミニウム合金(6061-T6)のK₁=-1.9X10⁻⁵/MPa、K₂ =0.70X10⁻⁵/MPa、戸田ら⁴⁾のアルミニウム合金(5052P-H34)のK₁=-1.9X10⁻⁵/MPaと同程度の 値であった。 V(Z)曲線によって求めた音弾性定数は5 MHzのくさび法を用いた測定値^{11),} ^{12),13)}に比べて、K₁は2倍程度で、K₂はほぼ同程度であった。 これらの原因として、材 質や結晶粒径、表面波の浸透深さなどが異なる事が考えられる。

3.5 引張を受ける薄板の小孔近傍の負荷応力測定

3.5.1 試験方法

試験方法は3.4.2.1と同一である。試験片の中央部に Ø 1.6mmの小孔をドリルで加工 した。無負荷時と、試験片のX方向に応力72MPaを負荷した場合のX方向とY方向に伝播する 漏洩表面波速度を同一箇所で2回づつ測定した。

3.5.2 応力測定結果と計算結果の比較

式(3-64)~式(3-67)、および3.4で求めた音弾性定数 $K_1 \ge K_2 \ge \pi$ 用いて、漏洩表面波速 度の測定結果から求めた応力を表3-2に示す。また、表3-2の音弾性則により求めた応力 と FEM計算による $\sigma_x \ge \sigma_y$ の応力分布を図3-10と図3-11に示す。また、図中の矢印長さ (← →) は線集束レンズの奥行き800 μ m を示す。小孔近傍では、音弾性法と FEM計算によ る応力に違いが見られた。しかし、全体の傾向としては、音弾性法と FEM計算で得られた応力 分布には良い相関が見られた。



異なる位置での漏洩表面波速度に及ぼす応力の影響

DOCITION	STRESS	DIRECTION X			DIRECTION Y		
PUSITION	(MPa)		∨ _R (m/s)	$\sigma_{\rm x}(MPa)$	1	√ _R (m/s)	$\sigma_{y}(MPa)$
A	0	V ₁₀	2887.9 2887.9	182	V ₂₀	2926.4 2925.0	51
	72	V 1	2877.8 2874.7	105	V ₂	2925.5 2926.7	51
B –	0	V ₁₀	2925.7 2926.9	76	V ₂₀	2894.9 2896.9	12
	72	V 1	2921.4 2921.0	10	V ₂	2894.9 2895.3	12
C	0	V ₁₀	2895.1 2895.1	52	V ₂₀	2892.3 2890.8	12
	72	V 1	2892.5 2891.0		V ₂	2891.8 2891.9	
D	0	V ₁₀	2936.4 2937.7	170	V ₂₀	2892.0 2892.1	40
	72	V 1	2926.6 2925.2		V ₂	2892.9 2893.0	
E	0	V ₁₀	2908.3 2906.8	78	V ₂₀	2897.1 2895.5	34
	72	V 1	2902.9 2902.7		V ₂	2896.0 2897.9	

表3-2 漏洩表面波速度及び応力測定結果





図 3-10 音弾性則と FEM計算による応力 σ_x



図 3 – 11 音弾性則とFEM計算による応力 σ_{y}

3.6 結言

従来、超音波顕微鏡で測定することが極めて困難であった多結晶アルミニウム合金(A2017-T3)について、表面波の音弾性定数K₁とK₂を定め、小孔近傍の負荷応力分布を音弾性法 により測定した。これを可能とするために個々の結晶粒の方位の影響と応力に起因する速 度変化を分離するための正確な位置決め方法を工夫した。すなわち、けがき線を入れた試 験片に線集束レンズから超音波を照射し、けがき線と線集束レンズの中央が一致した時に超音 波の反射信号が小さくなることを利用した。

上述の方法を用いて、多結晶アルミニウム合金(A2017-T3)の表面波の音弾性定数 $K_1 = -2.4X10^{-5}$ /MPa、 $K_2 = 0.74X10^{-5}$ /MPaの値が得られた。これらの値は特殊な超音波顕微鏡で 測定された値と同程度であった。しかし、5 MHzのくさび法を用いた測定値に比べて、 K_1 は 2 倍程度で、 K_2 はほぼ同程度であった。これらの原因として、材質や結晶粒径、表面波の浸 透深さなどが異なる事が考えられる。また、音弾性法により測定した小孔近傍の応力分布 は、FEMにより計算した結果と良い相関が得られ、超音波顕微鏡により多結晶体の音弾性 応力測定が可能であることが確認された。

参考文献

- 1)島田·渡辺·小幡·三原,非破壊検査,36(1987),540.
- 2)Lee.Y.C., Kim.J.O., and Achenbach.J.D., Rewiew of Progressin QNDE, Vol.13 (1994), 2025.
- 3)成田·石川,日本金属学会誌 55-1(1991),67.
- 4) 戶田·坂中·福岡,日本機械学会講演論文集 No.924-1(1992),10.
- 5) 岩清水,音弾性法,最新:応力ひずみ測定評価技術,総合技術センタ,(1992),310.
- 6) 戶田·田坂·福岡, 日本機械学会論文集 A-57-537(1991), 1216.
- 7) 福岡·戸田, 材料 35(1986), 961.
- 8)Delsanto.P.P. and Clark.A.V., J.Acoust.Soc.Am., 81-4(1987), 952.
- 9)Iwashimizu.I, J.Acoust.Soc.Am., 64-3(1978), 910.
- 10)Benson.R.W. and Realson.V.J., Product Eng., 30(1956), 50
- 11)Zeiger.A and Jassby.K., Journal of NDE Vol.3, No.2(1982), 115.
- 12)Jassby.K. and Saltoun.D., Material Evaluation 40(1982),198.
- 13)Jassby.K. and Kishoni.D., Experimental Mechanics 23(1983),74.

第4章 周期△Zを高精度で算出する各種デジタル信号処理

4.1 緒言

V(Z)曲線の周期 Δ Zを精度良く定めるため、周期性が無限に存在することを前提とした FFT解 $f^{(1)}$ が一般に用いられている。しかし、100MHzから400MHzの音響レンズを用いて、漏 洩表面波速度が3000m/s程度の材料に対してV(Z)曲線を収録した場合、V(Z)曲線にはたか だか数個の周期 Δ Zが観察されるにすぎない。したがって、周期 Δ Zを高精度で算出するため に、FFT解析以外の適切な信号処理方法の検討が必要と考えられるが、これに関する詳しい報 告例は見あたらない。

FFT解析以外の周期を見い出す方法として、解析する波形の情報エントロピが最大になるようにフィルタを設定して周期を明確にする最大エントロピ法^{2),3)}、解析する波形に距離てだけずらした同じ波形を畳み込み積分し周期を検出する自己相関法^{4),5)}、周期パラメータ(1/a)と距離パラメータbで決定するマザー関数を波形に畳み込み積分し周期を検出するウェーブレット変換^{6),7)}などがあげられる。これらの方法は、データに含まれる波数が少ない場合でも解析できる利点を持つ。

本章では、溶融石英ガラス(T4040)のV(Z)曲線にこれらの方法を適用し、周期△Zを算出 し漏洩表面波速度を求め、従来のFFT解析による結果と比較しそれらの精度を検討する。

4.2 デジタル信号処理

4.2.1 FFT解析

V(Z)曲線のフーリエ変換U(ω)は次式で定義される^{4), 5)}。

$$U(\omega) = \int_{-\infty}^{\infty} V(Z) e x p(-j \omega Z) d Z$$

=
$$\int_{-\infty}^{\infty} V(Z) (c \circ s \omega Z - j s i n \omega Z) d Z$$
 (4-1)

ここで、ωは角周波数、jは虚数単位を示す。上式の積分範囲は-∞から∞であるが、現実に 測定されるV(Z)曲線のデータは1からデータ数N(=2ⁿ:nは正の整数)までの有限個で離 散的である。コンピュータによるフーリエ変換の場合、上式は次式のように書き改められる。

$$U_{k}(\omega) = \sum_{i=1}^{N} V_{i} [\cos(k i \Delta \omega \Delta Z) - j \sin(k i \Delta \omega \Delta Z)] \Delta Z$$

$$(k = 1, \dots, N)$$
(4-2)

-56-

ここで、 ΔZ は距離Zのサンプリング間隔、 $\Delta \omega$ は角周波数の間隔、 V_i はi番目のV(Z)曲線の値である。

FFT解析では0以下とN+1以上のデータは、1からNのデータが無限に繰り返されて延長 していると仮定している。図4-1(a)の無限に続くcos波形⁵⁾の振幅スペクトルは図(b) に示すような線スペクトルになる。もし、図(a)のcos波形の一部の有限区間が図(c)のよ うに観測されたとすれば、その振幅スペクトルは図(d)で表され、図(b)と 同一の結果を与 える。しかし、図(c)より少し長い区間の図(e)に示す波形をFFT解析すれば、図(f)が得ら れ、線スペクトルではなくなる。この原因は隣接するデータ部分の不連続性にある。すなわ ち、図(d)と図(f)のスペクトルはそれぞれ図(c)、図(e)のデータが繰り返された図(g)、 図(h)のような周期関数を想定し、そのフーリエ変換を行ったものに他ならない。したがっ て、 V(Z)曲線の場合も周期△Zを高精度で算出するために、連続性を保つようにV(Z)曲 線を切り出す必要がある。

また、サンプリング間隔<u>ΔΖ</u>の逆数(周波数に相当する)の分解能Δf_zは次式に示すように データ数Nが大きいほど向上する。

$$\Delta f_{z} = 1 / (N \underline{\Delta Z}) \tag{4-3}$$

そこで切り出したV(Z)曲線の両端に零を付け加え¹⁾、データ数Nを8192個としてFFT解析 し、最大値を与えるパワースペクトル前後の値を含む5個のデータを最小自乗法で放物線近似 し、最大値を与える位置を周期△Zとした。なお、図4-2にV(Z)曲線解析用FFTプログラ ムのフローチャートを示す。



図4-1 FFT解析波形説明図



図4-2 V(Z)曲線解析用FFTプログラム[VZ-FFT.BAS]フローチャート

4. 2. 2 最大エントロピ法(Maximum Entropy Method)^{2)、3)、4)}

一般にエントロビは系の不規則さや無秩序の程度を表す概念である。熱力学のエントロビは 増加する一方であるが、情報のエントロビは減少する。この情報のエントロビを最大になるよ うにフィルタを設定するときに周期性が明確になるというのが最大エントロビ法である。FFT 解析と比較して、最大エントロビ法はスペクトル分解能が非常に高く、データに含まれる波数 が少ない場合でもスペクトル推定ができるという特長がある。Burg による MEM の考え方を以 下で述べる²⁾。

V(Z)データのエントロピHは、V(Z)データの未知のスペクトルをP(f)、Nyquisyt周 波数を $f_N = 1/(2\Delta Z)$ とするとき、

$$H \propto \int_{-f_{N}}^{f_{N}} \log P(f) df$$
(4-4)

に比例する。

自己相関関数 C_{k} ($\equiv C(k \Delta Z)$)は次式で示される。なお、Nはデータ数である。

$$C_{k} = \frac{1}{N-k} \sum_{i=0}^{N-k} V_{i} V_{i+k} \Delta Z$$
(4-5)

スペクトルと自己相関関数C_kの間には次式に示すWinener-Khintchineの関係式⁴⁾が成立 する。ここでmは自己回帰モデルの次数である。

$$\int_{-f_{N}}^{f_{N}} P(f) s^{k} df = C_{k} \qquad (-m \leq k \leq m) \qquad (4-6)$$

$$\mathbf{s}^{-\mathbf{k}} = \mathbf{e} \times \mathbf{p} \left(\mathbf{j} \ 2 \ \pi \ \mathbf{f} \ \underline{\Delta \mathbf{Z}} \right) \tag{4-7}$$

式(4-6)をP(f)について書き直すと、次式で示される。

$$P(f) = (2 f_{N})^{-1} \sum_{k=-m}^{N} s^{-k}$$
(4-8)

以上の条件をもとにエントロピを最大にするためには、Lagrange乗数 λ_k を導入して、変分演算する。

$$\delta \int_{-f_{N}}^{f_{N}} \{ \log P(f) - \sum_{k=-m}^{m} \lambda_{k} [P(f) s^{-k} - C_{k} (2f_{N})^{-1}] \} df = 0$$
(4-9)

式(4-8)を式(4-9)に代入し整理すると、次式が得られる。

$$P(f) = (\sum_{k=-m}^{m} s^{-k})^{-1}$$
(4-10)

ここで、スペクトルP(f)はエネルギであり、すなわち正の実関数である。上式にはこの制限 が入っていないので、λ_kの代わりに新たな「予測誤差フィルタの係数」γ_kの導入により、次 式の形に規格化されて、書き換えられなければならない。

$$P(f) = P_{m}(2f_{N})^{-1}(|1 + \sum_{k=-m}^{m} s^{-k}|^{2})^{-1}$$
(4-11)

ここで P_m は次式で γ とCで関係づけられる。ここで、 γ はLevinsonアルゴリズム⁸⁾から求められる。

$$P_{m} = C_{0} + \gamma_{1}C_{1} + \gamma_{2}C_{2} + \dots + \gamma_{m}C_{m}$$
(4-12)

式(4-8)と式(4-11)は等しいことから、次式の(m+1)次元連立一次方程式が導かれる。

$$\begin{bmatrix} C_{0} & C_{1} \cdots C_{m} \\ C_{1} & C_{0} \cdots C_{m-1} \\ \cdots \cdots \cdots \\ C_{m} & C_{m-1} \cdots C_{0} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} 1 \\ \gamma_{1} \\ \gamma_{m} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} P_{m} \\ 0 \\ 0 \end{bmatrix}$$
(4-13)

式(4-13)において未知数は γ_1 , γ_2 ,..., C_m , $P_m o(m+2)$ 個である。しかし、方程式は (m+1)個であり、新たに条件が必要になる。このため、Burgの「係数 γ_k の予測誤差フィル 夕に正及び逆方向に信号を通すときの平均出力を最小とする」²⁾という条件を付け加えた。係 数 γ_1 ,..., γ_m 及び P_m が求められるとMEM スペクトルは式(4-11)で計算される。

最大エントロビ法もFFT解析と同様に分解能△f_zは次式に示すようにデータ数Nが大きい ほど向上する。

$$\Delta f_{z} = 1 / (N \underline{\Delta Z})$$
(4-14)

そこで切りだしたV(Z)曲線の両端に零を付け加え、データ数Nを6000個として最大エント ロピ法を適用し、P(f)で最大値を与えるパワースペクトル前後の値を含む5個のデータを最 小自乗法で放物線近似し、最大値を与える位置を△Zとした。なお、図4-3にV(Z)曲線解 析用 MEM プログラムのフローチャートを示す。



図4-3 V(Z)曲線解析用MEMプログラム[VZ-MEM.BAS]フローチャート

4.2.3 自己相関法4),5)

自己相関法は、解析する波形に距離 r だけずらした同じ波形を畳み込み積分し周期性を検 出する方法である。

V(Z)の自己相関関数 $R(\tau)$ は次式で与えられる。

$$R(\tau) = \lim_{L \to \infty} (1/L) \int_{0}^{L} V(Z) V(Z+\tau) dZ$$
(4-15)

ここで、Lは観測距離である。上式を離散的な形に書き改めると次式で与えられる。

$$R_{k} = \frac{1}{N-k} \sum_{i=0}^{N-1} V_{i+k} \Delta Z \qquad (\square \cup, k=1, 2, \dots, N) \qquad (4-16)$$

自己相関法の分解能 $\Delta(1/f_z)$ は、V(Z)曲線の距離Zのサンプリング間隔 ΔZ が小さいほど向上する。そこで切りだしたV(Z)曲線をスプライン補間により、0.05 μ m 間隔のデータに補間して自己相関解析し、R_kで最大値を与える位置を ΔZ とした。なお、図4-4にV(Z)解析用自己相関プログラムのフローチャートを示す。



図4-4 V(Z)曲線解析用自己相関[VZ-CORR.BAS]フローチャート

4.2.4 ウェーブレット変換^{6),7)}

ウエーブレット変換は解析領域に局在させたマザー関数の周期パラメータ(1/a)と距離パ ラメータbを変化させ、解析対象の波形にマザー関数を畳み込み積分し、その積分値の大きさ から周期を検出する方法である。FFT解析と比較して、ウェーブレット変換は周波数分解能を 任意に設定でき最大エントロビ法と同様にデータに含まれる波数が少ない場合でもスペクトル 推定ができる特長を持つ。

V(Z)曲線の積分ウェーブレット変換W(a, b)は、次式で定義される。

W(a, b) =
$$a^{-0.5} \int_{-\infty}^{\infty} V(Z) \psi_{a, b}(Z) dZ$$
 (4-17)

ここで、
ψ_a
はマザー関数で、次式で示されるガボール関数が良く用いられる。

$$\psi_{a,b}(Z) = e \ge p\{-(Z-b)/a\} e \ge p\{j\omega_0(Z-b)/a\}$$
(4-18)

ここでω。は基本角周波数である。式(4-17)を離散表示すると次式になる。

$$W_{k}(a, b) = a^{-0} \cdot \frac{5}{5} \sum_{i=k-L} V_{i} \psi_{a, b}(Z) \Delta Z$$
(4-19)

ここで、Lの2倍はガボール関数の幅である。周期パラメータ(1/a)は、次式で決定される。なお、 ω_0 は一般によく使用されている値5.5(rad/ μ m)⁹⁾を用いた。

$$a = \omega_0 / (2\pi f) \tag{4-20}$$

距離パラメータBは、図4-5に示すようにV(Z)曲線の周期のピーク位置の前後各5点で変化させ、最大値を示す $W_k(a, b)$ のaの逆数を周期 ΔZ とした。周期パラメータ(1/a)は、 0.02 μ m刻みで計算させた。図4-6にV(Z)曲線解析用ウエーブレット変換のフローチャートを示す。



図4-5 ウエーブレット変換パラメータbの位置



図4-6 V(Z)曲線解析用ウエーブレット変換プログラム[VZ-WAVE.BAS]フローチャート

4.3 周期△Zを算出するための波形

同一箇所で8回測定した溶融石英ガラス(T4040)のV(Z)曲線を対象として、周期 Δ Zを算 出する。FFT解析の場合、4.2.1で述べたようにV(Z)曲線の切り出し方が、その周期 Δ Zの算出精度に影響する。そこで、図4-7に示すように切り出し方を変えた(a)から(f)の 6種類の波形を用いた。

(a):レンズの内部反射成分(高周波成分)を含むV(Z)曲線を、周期△Zを意識せずに切り 出した波形(図(a))。

(b): V(Z)曲線の周期△Zを意識して切り出した波形(図(b))。

(c):(a)の波形で FFT 解析と IFFT 解析により高周波成分を除去した波形(図(c))。

(d):(b)の波形で FFT 解析と IFFT 解析により高周波成分を除去した波形(図(d))。

(e):FFT解析とIFFT解析により高周波成分を除去し、さらに最小自乗法によりバックグラ

ウンドを除去し、周期△Zを意識せずに切り出した波形(図(e))。 (f):(e)の波形をゼロクロス点で切り出した波形(図(f))。

4.4 漏洩表面波速度の算出結果

図4-7の波形(a)から(f)に対して、FFT解析や最大エントロビ法、自己相関法、及び ウェーブレット変換を適用して、周期 Δ Zを求め漏洩表面波速度を算出した。その結果を表4 -1に示す。表の右端部は各解析方法で得られた漏洩表面波速度の標準偏差を棒グラフで表示 したものである。自己相関法とウェーブレット変換で、1stから3rdの数値は、図4-8 に示すように距離Zの増加とともに順番に現れる周期 Δ Zの2つのビーク間に対応する漏洩表 面波速度である。なお、波形(a)と(b)では、曲線に含まれる高周波成分が障害になり、V (Z)曲線の周期のビーク位置が定まらなかったので、これらの波形に対するウエーブレット変 換は行わなかった。また、解析に使用したパーソナルコンビュータのCPUは、クロック周波数 75MHzのi486DX4である。計算に要した時間は、FFT解析がデータ数8192点に対して約2秒、 最大エントロビ法がデータ数6000点に対して約300秒、自己相関法がデータ数約2500点に対 して約180秒、ウェーブレット変換がデータ数114点に対して周期間隔 Δ Z = 35 μ m から45 μ m を 0.02 μ m 間隔で計算させ約60 秒であった。

各解析方法を波形(a)から(d)に適用した場合、標準偏差σは大きい。しかし、バックグラ ウンドを除去し、周期性を意識して切り出した波形(f)の標準偏差は、他の標準偏差よりも小 さな値であった。標準偏差が一番小さかった波形(f)について、ウェーブレット変換を除く他



-68-

の解析法を用いる漏洩表面波速度は、5 MHzの直接接触法によって測定したバルク波速度から 算出した自由表面波速度3434m/s¹⁰⁾ に近い値であった。切り出し位置を意識した波形(b)、 (d)、(f)の標準偏差は、意識しなかった波形(a)、(c)、(e)よりも小さかった。これらのこ とから、漏洩表面波速度の標準偏差を小さくし、その測定精度を向上させるためにバックグラ ウンドを除去し、さらに周期性を意識して切り出した波形に対して周期△Zを算出することが 重要である。

最大エントロビ法では、波形(f)の場合でも、FFT解析より大きな標準偏差であった。この 理由として、距離Zのサンプリング間隔<u>ΔZ</u>が大きかったことが考えられた。しかし、プログ ラム中のV(Z)の値を収納するディメンジョンを言語(QUICK-BASIC)の制約上現状の6000以上 にすることができず、サンプリング間隔を現状よりも小さくすることができなかった。自己相 関法とウェーブレット変換の1stから3rdの漏洩表面波速度の標準偏差も波形(f)が小さ かった。ウェーブレット変換の3rdの標準偏差が大きかった理由として、バックグラウンド の影響が考えられるが、現時点では不明である。

また、自己相関法とウェーブレット変換の平均値は、距離Zの増加と共に漏洩表面波速度が 増加する現象が見られた。今後、この物理的意味を理論的に解明していかなければならない。

4.5 結言

FFT 解析や最大エントロビ法、自己相関法、ウェーブレット変換を溶融石英ガラス(T4040) のV(Z)曲線に適用して周期△Zを算出した。その結果、第2章で述べたデジタル信号処理 (計算によるバックグラウンド除去)と上述の解析方法を組み合わせることより、自己相関法と ウエーブレット解析で最も分散(標準偏差)の少ない漏洩表面波速度が得られた。この分散の程 度は、バックグラウンド除去後のV(Z)曲線に対するFFT解析の場合とほとんど差がなかっ た。また、標準偏差が一番小さかった波形(f)において、ウェーブレット変換を除く他の解析 結果の値は、5 MHzの直接接触法によって測定したバルク波速度から算出した自由表面波速度 に近い値であった。これらのことから、漏洩表面波速度の標準偏差を小さくし、その測定精度 を向上させるためにバックグラウンドを除去し、さらに周期性を意識して切り出した波形に対 して周期△Zを算出することが重要である。

自己相関法とウェーブレット変換の場合、距離Zの増加とともに漏洩表面波速度が増加する 結果が得られた。今後、この物理的意味を理論的に解明していかなければならない。

-69-
表4-1 漏洩表面波速度算出結果(単位:m/s)

.

		ГГТ	MEM	0	ORERATIC	N		WAVELET		
WAVEFURM		FFI	MEM	1ST	2ND	3RD	1ST	2ND	3RD	
а	1	3436.14	3417.89	3361.81	3370.34	3469.03	\sum			σ
	2	3468.62	3462.68	3421.37	3417.17	3463.10		L	L	
	3	3473.84	3471.35	3430.33	3428.24	3451.21		+	, 	
	4	3480.54	3477.34	3447.23	3436.79	3428.42	<u> </u>	×	 +	
$\wedge \wedge$	5	3493.00	3502.15	3487.02	3462.20	3407.90		$ \sum$	<u> </u>	
AIV	6	3479.96	3480.47	3445.85	3441.67	3429.12		$\downarrow _ _$	\perp	
\circ \circ	7	3498.47	3490.75	3468.93	3456.48	3475.14		+	<u> </u>	
	8	3483.47	3459.59	3393.89	3391.78	3496.17		 		WAVE2nd
	X	3476.76	3470.28	3432.05	3425.58	3452.51				WAVE3rd
	σ	19.00	25.37	40.20	31.51	29.09	L			
b	1	34/4.32	3413.88	3383.10	3385.22	3487.61	<u> </u>	<u> </u>	l	σ 0 20 40 60 80
	2	3506.41	3446.45	34/1.39	3450.64	3496.13	$\vdash \downarrow$ –	\downarrow	\vdash — —	
	3	3501.02	3453.24	3449.13	3440.79	3482.30	`	ŧ	╆╼╴──	MFN
A P	4	3490.20	3425.44	3390.00	3304.24	3499.07	<u> </u>	+ \	- 	CORR1st
n Al	6	2476 97	3430.32	3384.53	2274 10	13499.31		$\frac{1}{1}$ \longrightarrow -	<u> </u>	CORR2nd
JV V		240.01	2414 46	2200 26	2205 11	2407 02		↓		CORR3rd
	1	3404.32	3414.40	3306 01	3303.11	3506 43		+ `	A	WAVE1st
	X	3489 06	3429 65	3405 06	3399 56	3494 78		+	+ -	WAVE2nd
	σ	11.43	15.39	35.07	29.10	7.78		, 	\rightarrow	WAVE3rd
0	1	3498.19	3437.81	3402.15	3437.84	3452.43	3417.67	3428.36	3537.22	
	2	3552.70	3499.96	3429.76	3458.95	3477.59	3415.67	3520.50	3628.12	0 20 40 60 80
	3	3523.95	3477.06	3426.14	3447.05	3465.76	3400.15	3488.12	3591.28	FFT
	4	3565.78	3508.85	3434.81	3461.90	3484.66	3419.05	3531.41	3666.26	
$\wedge P$	5	3568.17	3509.15	3437.20	3462.20	3487.02	3421.37	3522.96	3666.19	CORRIST
LATV	6	3494.79	3439.25	3395.42	3433.31	3452.10	3385.95	3452.79	3525.07	
	7	3564.59	3488.88	3437.79	3462.80	3512.30	3420.12	3484.68	3600.83	
	8	3450.09	3336.79	3316.77	3421.32	3442.27	3335.49	3333.51	3370.72	WAVEIST
	X	3527.28	3462.22	3410.01	3448.17	3471.77	3401.93	3470.29	3573.21	WAVE3rd
L	o 1	43.20	58.05	40.96	15.88	23.12	29.55	65.82	97.12	
d	2	34/9.20	3395.49	3400.04	3442.01	3458.00	3370.49	3408.23	3012.32	σ 0 20 40 60 80
	2	3484 14	3396 12	3407 22	3447 05	3401.03	3370 28	3408 34	3463 89	FFT 💹
	4	3482 52	3397 00	3399 07	3438 99	3463 98	3370 60	3408 06	3463 49	NEN 🚟
$\wedge P$	5	3517.86	3437.00	3403.58	3443.46	3470.49	3394 62	3439.88	3524.26	CORR1st
DAN .	6	3510.20	3428.69	3403.88	3441.67	3468.72	3385.90	3441.76	3516.94	CORR2nd
	7	3480.77	3391.11	3361.68	3427.32	3448.23	3367.56	3391.27	3446.00	CORR3rd
	8	3480.87	3390.07	3361.97	3429.72	3450.62	3367.91	3397.27	3447.23	WAVE1st
	X	3492.55	3407.87	3391.96	3438.54	3461.71	3376.79	3417.86	3479.68	WAVE2nd
	٥	15.70	19.48	18.83	6.79	8.87	10.62	19.89	32.53	WAVE3rd
е	1	3422.45	3400.34	3416.89	3414.79	3427.38	3345.66	3347.50	3437.79	σ
	2	3413.25	3374.99	3412.97	3417.17	3425.57	3344.51	3309.24	3362.08	
	3	3414.89	3370.76	3415.64	3415.64	3430.33	3347.55	3327.58	3349.41	
	4	3422.15	3395.52	3420.14	3413.83	3428.53	3343.93	3348.22	3457.92	
$\Delta \Delta \Lambda$	5	3419.24	3404.46	3416.23	3424.31	3429.22	3344.22	33/4.92	3421.91	CORR2nd
	7	3420.03	3409.34	3410.02	3422.03	3431.21	3343.81	3341.11	3409.30	CORR3rd
		3421.01	3400 70	3410.92	3410.00	3421.32	2242 45	3340.00	3457.94	WAVE1st
	Y	3420.05	3393 23	3413.37	3418 82	3430.45	3376 79	3340.00	3414 81	WAVE2nd
	â	4 29	13 87	2 40	4 63	1 92	4 07	18 92	49 43	WAVE3rd
f	1	3446.03	3412.73	3421.87	3427.38	3435.75	3351.49	3382.25	3466.26	
1	2	3444.96	3412.75	3421.37	3423.47	3433.94	3351.62	3382.78	3466.62	0 20 40 60 80
	3	3446.04	3417.62	3421.95	3424.05	3434.52	3351.39	3382.33	3466.15	FFT
	4	3446.35	3418.24	3420.14	3426.43	3434.81	3351.71	3382.17	3465.79	NEN
$\land \land \land$	5	3446.80	3419.31	3422.53	3424.63	3437.20	3351.53	3381.85	3465.57	CORR1st
$ \forall \forall \forall \uparrow \uparrow$	6	3445.47	3418.32	3420.73	3424.92	3433.31	3353.80	3382.11	3487.67	CUKK2nd
U V	7	3445.74	3418.32	3421.02	3423.12	3435.70	3353.86	3381.98	3487.92	GUKK3rd
	8	3446.83	3421.95	3421.32	3427.62	3436.00	3353.27	3381.78	3487.37	WAVEOnd
	X	3446.03	3417.53	3421.37	3425.20	3435.15	3352.33	3382.16	3475.42	WAVE2rd
	σ	0.64	3.23	0.75	1.74	1.25	1.10	0.32	13.23	TAVESTU

参考文献

- 1)Kushibiki.J. and Chubachi.N., IEEE Trans.Sonic.Ultrason.(1985), SU32-2, 189.
- 2)Burg,37th Annual International Meeting.Soc.of Explor.Geophys.,Oklahoma City, Okla.,Oct.31(1967)
- 3)Akaike.H., Annals of Institude Statistical Mathematics, Vol.21(1969), 203.
- 4) 日野幹雄,スペクトル解析,朝倉書店
- 5)南茂雄,科学計測のための波形データ処理,CQ出版
- 6)Morlet.J., Arens.G., Fourgeau.E. and Giard.D., Sampling Theory and Complex Waves, Geophsics, Vol.47-2(1982), 223.
- 7)Daubechies.I., Communication on Pure and Applied Mathematics, Vol.41-7(1988), 909.
- 8)Levinson, h., J.math. Phys., Vol. 25(1947), 261.
- 9)新,計測自動制御学会九州支部計装研究会 SICE 九州フォーラム'96,(1996),9.
- 10)川嶋・藤井・佐藤,第3回超音波による非破壊評価シンポジウム,講演論文集(1996),61.

第5章 超音波顕微鏡による窒化ケイ素セラミックスの表面弾性特性

5.1 緒言

バルク波の速度は、一般に試料の厚み方向の伝播時間を測定することによって求められる¹⁾ ので、厚み方向の平均的な材料特性が得られる。一方、表面波は試料の表層部の1波長程度の 深さを伝播するので、表面波を用いれば、表面近傍の特性を知ることができる。内部構造が深 さ方向に変化する材料では、表面波速度が周波数に依存して変化する分散特性を示す。

超音波顕微鏡を用いた漏洩表面波速度測定によって、轟ら²⁾はガラス基板上のアルミニウ ム薄膜について、井原ら³⁾は鋼上のTiN薄膜について、Bashyamら⁴⁾はCMC(CERAMIC MATRIX COMPOSITE)について分散特性を報告している。しかし、表面波の分散特性を利用した焼結セラ ミックスの表面層の特性評価に関する報告は見あたらない。

本章では、表面波の分散特性を用いて、セラミックス表面近傍の材料特性、とりわけ弾性定数を非破壊的に評価することを目的とする。対象とした試料は、気孔率を0.6%から6.5%まで変化させた窒化ケイ素セラミックスである。この表面波速度は約6000m/s⁵⁾であるので、周波数36MHz、195MHzと440MHzの表面波により深さ約160 μmから約15 μmまでの表層部の評価が可能になる。測定の結果、表面に近づくほど漏洩表面波速度が大きな値になった。音速が(弾性定数/密度)^{0.5}で与えられることから、表面近傍の弾性定数が内部に比べて高いと推定された。

5.2 漏洩表面波速度測定

5.2.1 超音波顕微鏡による漏洩表面波速度測定

超音波顕微鏡による測定方法については第2章で述べた。窒化ケイ素セラミックスの表面波 速度は約6000m/s⁵⁾であるので、使用した周波数195MHzと440MHzでの浸透深さは、それぞれ 約30μmと約15μmである。

5.2.2 PVDF 圧電膜線集束超音波センサによる漏洩表面波速度測定^{6)、7)}

PVDF 圧電膜を円筒凹面に接着した線集束超音波センサとデジタルパルス超音波測定装置を 用いた漏洩表面波速度の測定法を文献8)から引用する。

5.2.2.1 測定原理⁸⁾

円筒凹面に直接接着した PVDF 圧電膜から発射された超音波(パルス波)のうち、図5-1で 示す垂直反射波#A(A₀→A₁→A₀)と、表面波#B(B₀→B₁→B₂→B₃)が図5-2で示す ように大きな強度で受信される。漏洩表面波速度 v_R は、#Aと#Bの伝播時間差△t、水の 音速 v_W 、距離 Z(デフォーカス量)を用いて次式で示される⁹⁾。

$$\mathbf{v}_{R} = \mathbf{v}_{W} [(\mathbf{v}_{W} \Delta t / Z) - (\mathbf{v}_{W} \Delta t / Z)^{2} / 4]^{-0.6}$$
(5-1)



図5-1 漏洩表面波速度測定原理測定説明図6)



図 5-2 線集束超音波センサによる受信波形(36MHz)⁶⁾

5.2.2.2 装置と方法⁸⁾

式(5-1)から明らかなように漏洩表面波速度 v_Rの測定精度は距離 Z と伝播時間差△tの測 定精度に支配される。距離 Z は # A の伝播時間から算出するが、距離 Z の正確な測定には、測 定面と線集束超音波センサの垂直性が必要である。線集束超音波センサは 2 軸スイベルテーブ ルに取り付けられ、後者はステッピングモータ駆動により Z 軸方向に移動できる。超音波送受 信器は図 5 – 3 に示すようにA/D変換器を介してパーソナルコンピュータに接続される。線集 束超音波センサの測定面に対する垂直性は、ステッピングモータでスイベルテーブルを少しず つ回転させ、高次垂直反射波のパワーレベルをモニターし、そのレベルが最大になる状態が垂 直であると定められる。超音波信号は、256 回同期加算し、伝播時間差△tは相互相関法によ り算出される。

線集束超音波センサは水中焦点距離 5 mm、開口角 90 度、中心周波数 36MHz、幅方向長さ 8 mm であり、超音波送受信機は PANAMETRICS 5900PR、A/D 変換器は SONIX STR-8100 が用いられた。



図5-3 線集束超音波センサによる漏洩表面波測定システム概略図

5.3 測定試料

用いた試料は、イットリア・アルミナ系の窒化ケイ素セラミックスで、Si₃N₄:91%、 Y₂O₃:6%、Al₂O₃:3%の組成である。焼成温度を調整することにより、気孔率(アルキメ デス法で測定)が0.6、0.9、1.8、2.8、4.1、6.5%の試料を作成した⁹⁾。試料寸法は、60X60X10mm である。漏洩表面波速度 v_Rは測定面の面粗度の影響を受けることから¹⁰⁾、60X10mmの試料側 面を表面荒さ1 μ m以下までダイアモンドで研磨した。また、気孔率と密度の関係を直線回帰 し、気孔率0%での密度を求めたところ、3.285g/cm³であった。

5.4 漏洩表面波速度の測定結果

195MHzと440MHz の線集東レンズで測定した気孔率0.6%の窒化ケイ素セラミックスのV(Z) 曲線を図5-4(a)、(b)に示す。また、バックグラウンド処理後のV(Z)曲線を図5-4 (c)、(d)に示す。周期 Δ ZをFFT解析で求める場合、周期 Δ Zが多いほどその算出精度は向 上する。しかし、195MHz線集東レンズの場合、図5-4(c)に示すように1.5周期程度のV (Z)曲線しか得られなかった。気孔率0.6%の試料の漏洩表面波速度v_Rを同一点で測定した 結果を表5-1に示す。漏洩表面波速度v_Rの変動幅は2.4m/s程度であり、1.5周期のV(Z) 曲線を用いても安定した値が得られた。

超音波顕微鏡を用いて、各試料の60X10mmの面の中央部8箇所で漏洩表面波速度 v_{R} を測定 した。195MHzと440MHzの漏洩表面波速度 v_{R} の測定結果を表5-2と表5-3に、そのヒス トグラムを図5-5と図5-6に示す。最大200m/s程度の速度変動が観測され、同一試料で も測定場所の違いにより材料特性が異なっている。今回は試料の特性として、8箇所の測定値 の平均を用いた。線集束超音波センサでは60X60nmの試料面中央部5箇所で漏洩表面波速度 v_{R} を求めて平均したものである⁸⁾。なお、線集束超音波センサによる漏洩表面波速度 v_{R} の変 動幅は0.8m/s程度で安定していた。

これらの方法で測定した漏洩表面波速度 v_{R} のまとめを表5-4に示す。また、周波数5MHz における縦波速度 v_{L} と横波速度 v_{T} の結果⁶⁾も表5-4に併せて示す。気孔率の増加と共に 各速度は減少する。各表面波の波長と漏洩表面波速度 v_{R} の関係を図5-7に示す。表面波の 波長(浸透深さ)が短くなるにつれて漏洩表面波速度 v_{R} は増加した。



表5-1 同一点での195MHz 漏洩表面波速度測定結果 (m/s)

No.	1	2	3	4	5	MEAN	MAX-MIN
V _R	5964.3	5965.9	5966.1	5966.7	5965.1	5965.6	2.4

表 5 – 2 異なる位置での 195MHz 漏洩表面波速度測定結果

1.8 6.5 POROSITY % 0.9 2.8 4.1 0.6 No.1 5693.4 5579.4 5485.6 5861.6 5849.9 5833.6 2 5488.7 5862.5 5859.5 5808.0 5713.6 5662.4 3 5642.7 5463.7 5863.4 5911.7 5774.4 5766.8 5723.9 5632.4 5459.5 4 5914.7 5834.0 5858.8 5 5901.3 5869.5 5880.6 5767.6 5651.7 5418.6 5695.7 5462.9 6 5602.1 5885.6 5898.7 5738.5 7 5872.6 5886.1 5788.9 5715.2 5595.4 5462.6 8 5842.1 5863.7 5780.8 5667.6 5582.3 5469.7 5718.0 5463.9 MEAN 5875.5 5871.6 5808.0 5618.6 MAX-MIN 53.1 77.7 142.1 99.2 83.0 70.1 34.9 32.6 21.4 23.7 25.8 47.2 σ

表 5 – 3 異なる位置での 440MHz 漏洩表面波速度測定結果

(m/s)

(m/s)

POROSITY %	0.6	0.9	1.8	2.8	4.1	6.5
No.1	5888.0	5911.6	5886.5	5843.9	5786.0	5693.3
2	5888.4	5920.9	5862.1	5877.9	5756.3	5666.7
	5888.3	5910.6	5865.3	5850.3	5769.6	5706.8
4	5891.1	5911.1	5900.1	5829.5	5767.7	5708.3
5	5898.3	5899.1	5881.9	5881.6	5762.1	5694.7
6	5904.3	5899.4	5851.6	5887.6	5799.8	5710.2
7	5883.2	5908.6	5861.1	5841.7	5860.0	5714.9
8	5889.2	5891.9	5926.0	5861.0	5765.4	5704.4
MEAN	5891.4	5906.7	5879.3	5859.2	5770.9	5733.7
MAX-MIN	21.1	29.0	74.4	58.1	43.5	48.2
σ	6.7	9.2	24.7	21.3	14.7	94.1





図5-6 440MHz 漏洩表面波速度測定結果ヒストグラム

表5-4 気子	し率に対	する表面	面波、縦	t波、横	波速度	(m/s
POROSITY P %	0.6	0.9	1.8	2.8	4.1	6.5
∨ _R (195MHz)	5875.5	5871.6	5808.0	5718.0	5618.6	5463.9
∨ _R (440MHz)	5891.4	5906.7	5879.3	5859.2	5770.9	5733.7
v _R (36MHz)	5593.6	5582.5	5575.9	5529.9	5504.2	5385.2
v _⊾ (5MHz)	10945	10934	10920	10809	10700	10419
v _⊤ (5MHz)	6042.7	6039.7	6028.3	5984.3	5942.7	5838.7





図5-7 表面波の波長(浸透深さ)に対する漏洩表面波速度

5.5 考察

等方体の表面波(レーリー波)速度 v_R は、縦波速度 v_L と横波速度 v_T により次式で関係付けられる¹¹⁾。

$$\alpha^{6} - 8 \alpha^{4} + (2 4 - 1 6 \beta^{2}) \alpha^{2} - 1 6 (1 - \beta^{2}) = 0$$
(5-2)

ここで $\alpha = v_{\rm R} / v_{\rm T}$ 、 $\beta = v_{\rm T} / v_{\rm L}$ である。また、ポアソン比レは $v_{\rm T} \geq v_{\rm L}$ を用いて次式 で表される。

$$\nu = 0.5 (v_{\rm L}^2 - 2 v_{\rm T}^2) / (v_{\rm L}^2 - v_{\rm T}^2)$$
(5-3)

これら2式を用いて、自由表面波速度 v_aの近似式が得られる⁴⁾。

$$\mathbf{v}_{R} = \mathbf{v}_{T} (1.14418 - 0.25771 \,\nu + 0.12661 \,\nu^{2})^{-1}$$
(5-4)

剛性率を μ 、気孔率Pが零の時の密度を ρ_0 とし、剛性率 μ とポアソン比 ν がそれぞれ気孔率 Pの関数で示されると仮定すると、横波速度 v_{τ} と自由表面波 v_{μ} は次式で示される。

$$V_{T} = (\mu / \rho_{0}(1-P))^{0.5}$$
 (5-5)

$$\mathbf{v}_{R} = [\mu / \rho_{0}(1-P)]^{0.5} [1.14418 - 0.25771 \nu + 0.12661 \nu^{2}]^{-1}$$
(5-6)

表5-4のv_Lとv_Tの値を式(5-3)と式(5-5)に代入して求めた剛性率 μ 、ボアソン比レを表 5-5に示す。また、これらの値を式(5-6)に代入して求めた自由表面波速度v_R(CAL)も併せ て示す。計算及び測定によって求めた表面波速度のまとめを図5-8に示す。v_R(CAL)は、 v_R(195MHz)、v_R(440MHz)よりも数百m/s低いが、v_R(36MHz)と15m/s以内で一致している。 これらのことから、36MHzの表面波が伝播する深さ約160 μ mまでの領域は、バルク波が伝播 する領域と同じ材料特性を持つと推測できる。一方、195MHzと440MHzの表面波が伝播する表 面層の材料特性は、前者の特性と異なることが考えられる。式(5-6)から漏洩表面波速度

POROSITY P %	0.6	0.9	1.8	2.8	4.1	6.5
$\mu(P)$ GPa	119	119	117	114	111	105
v (P)	0.281	0.280	0.281	0.279	0.277	0.271
∨ _R (CAL) m/s	5586	5583	5572	5530	5490	5388

表5-5 剛性率、ポアソン比、表面波速度計算結果



図5-8 気孔率に対する表面波速度測定、計算結果

v_Rはρ₀(1-P)、ν、μに依存するので、気孔率0.6%と6.5%の試料を用いて材料特性の差異の原因を検討した。

まず試料切断面の表面近傍を光学顕微鏡で観察した。その結果を図5-9(a)、(b)に示す。 また、図5-9から50µm間隔で読みとった気孔率の変化を図5-10に示す。気孔率6.5% の試料は表面に近づくとともに気孔率がわずかながら低下していたが、表面より200 μm以内 の気孔率の変化は2つの試料とも一定と見なすことができ、 ρ₀(1-P)は深さに対してほとん ど変化していないと考えられる。また、表5-5に示すように気孔率の変化に対してポアソン 比の変化もわずかである。従って、漏洩表面波速度の増加は剛性率の変化によるものと考え、 図5-10の気孔率の値と表5-4のV_R(195MHz)、V_R(440MHz)の値を用いて、式(5-5)と式(5-6)から表層部近傍の剛性率を推定した。なお、ボアソン比を0.28、密度 ρ₀を3.285g/cm³と した。その結果、195MHzの場合が気孔率0.6%で132GPa、6.5%で112GPaであった。また440MHz の場合が気孔率0.6%で133GPa、6.5%で120GPaであった。高塩ら12)は弾性係数が高いほど、 硬度が大きくなることを報告していることから、試料を深さ方向に切断して深さ方向のビッ カース微小硬度(500gf)を測定することで剛性率µの検証を行った。その結果を図5-11に示 す。なお、図5-11中の(└──)の長さは硬度測定値(n=5)のばらつき、プロットは平均値を示 す。表面近傍と内部の硬度に差が見られ、2つの試料は表層部に近づくと硬度が増加してい た。深さ 50 µ m と 200 µ m の 硬度 測定結果が 195MHz と 36MHz の 表面 波の 伝播領域 にそれぞれ 対応するものと見なして、両者の関係を図5-12に示す。図5-12から気孔率によって異な るものの、漏洩表面波速度は硬度と正の相関を持つことがわかる。



図5-9 試料断面光学顕微鏡観察結果



-83-

表層部と内部の硬度を変化させる原因としては、α相とβ相の分布の違い¹³⁾、炭化ケイ素の存在¹³⁾、粒界ガラス層¹⁴⁾の分布の違いなどが考えられ以下で確認した。

α相の硬度は1900Hv、β相は1500Hv¹⁵)であり、表層部にα相が存在すると硬度は高くなる。そこで、試料切断面の表面近傍と中央部をX線回析で同定したが、β相のみが確認されただけである。

炭化ケイ素の硬度は2800Hv¹⁶)であり、表層部に炭化ケイ素が存在すると硬度は高くなる。 そこで、試料切断面の炭素の存在をEPMAで調べた。その結果、表層部に近づくにしたがって、 炭素濃度がわずかに増加していることが確認された。ただし、X線回析では炭化ケイ素は同 定されなかった。これらのことから、炭化ケイ素が存在したとしても、ごく微量しか存在し ないものと考えられる。

非晶質ガラスの縦弾性係数は70GPa¹⁷⁾程度であるのに対して、窒化ケイ素の値は320GPa である¹⁷⁾。表層部の粒界ガラス層の割合が低下すれば、縦弾性係数や剛性率が増加すること が考えられる。そこで、切断面を溶融KOHでエッチングし(350℃X3min)、粒界ガラス層を除 去した組織を走査電子顕微鏡により観察した。その結果、図5-13(a)、(b)および図5-14 (a)、(b)に示すように表面近傍と試料中央部で明確なガラス層の分布の違いが見られなかった。

図5-10に示したように気孔率6.5%の試料の表面近傍の気孔率は、0.6%の試料に比べて 大きくなっている。セラミックスの硬度は気孔率に依存することから、気孔率6.5%の試料の 硬度は0.6%の試料に比べて低くなっているはずであるが、図5-11の結果と矛盾する。剛 性率の高い炭化ケイ素やα相の存在の可能性は否定できないが、今回の分析や観察から原因 は確認されず、今後解明していく必要がある。

また残留応力の影響¹⁸⁾ も考えられたので、表面近傍の残留応力をX線回析で測定した結 果、残留応力は気孔率0.6%が123 ± 29MPa、6.5%が76 ± 12MPaであった。窒化ケイ素の応 力1 MPaに対する表面波の音速変化は0.01m/s程度であるので¹⁹⁾、数百m/sの漏洩表面波速度 の変化は残留応力の影響ではないといえる。

次に積層材料表面を伝播するBREKHOVSKIKH²⁰⁾の理論に基づき、表層部の弾性定数を推定 する。

本研究の対象とする2層構造に限定し、図5-15のモデルに対する平面波解を導く。水中 では縦波を、また基盤中では透過波のみを考慮すればよいので、各層の速度ポテンシャルを 次式で表す。

- 84 -





(a)表層部近傍(b)試料中央部図5-13 気孔率0.6%の走査型電子顕微鏡観察結果(KOH エッチング)



(a)表層部近傍(b)試料中央部図5-14 気孔率6.5%の走査型電子顕微鏡観察結果(KOHエッチング)

$$\phi_{0} = [\phi_{0}^{+} \exp(j\alpha_{0}z) + \phi_{0}^{-} \exp(-j\alpha_{0}z)] \exp[j(\xi x - \omega t)]$$
(5-7)
$$\phi_{1} = \{\phi_{1}^{+} \exp[j\alpha_{1}(z - d)] + \phi_{1}^{-} \exp[-j\alpha_{1}(z - d)]\}$$

$$x \exp[j(\zeta x - \omega t)]$$
(5-8)

$$\psi_{1} = \{ \phi_{1}^{+} e \ge p[j\beta_{1}(z-d)] + \phi_{1}^{-} e \ge p[-j\beta_{1}(z-d)] \}$$

$$\times e \ge p[j(\zeta \ge -\omega t)]$$
(5-9)

$$\phi_2 = \phi_2^{+} \exp[j\alpha_2(z-d)] \exp[j(\zeta x - \omega t)]$$
(5-10)

$$\psi_{2} = \psi_{2} + \exp[j\beta_{2}(z-d)] \exp[j(\zeta x - \omega t)]$$
(5-11)

ここで、上添え字+と-は入射と反射、下添え字0、1、2はそれぞれ接触媒質、表面層、基 盤、 α は縦波の波数ベクトルのz成分、 β は横波の波数ベクトルのz成分、 ζ は横波の波数ベ クトルのx成分、dは表面層の厚さ、tは時間、 ω は角速度、 ϕ は縦波の速度ポテンシャル、 ψ は横波の速度ポテンシャル、 λ と μ はLameの定数、jは虚数単位である。また、縦波の波数 ベクトルをk_{1j}、横波の波数ベクトルをk_{tj}(j=0,1,2)とすると、次式が成立する。

 $k_{1j} = \omega [(\lambda_j + 2\mu_j)/\rho_j]^{-0.5}$ (5-12)

$$k_{\pm i} = \omega (\mu_i / \rho_i)^{-0.5}$$
(5-13)

$$\mathbf{k}_{10} \equiv \mathbf{k}_{0} \tag{5-14}$$

$$\alpha_{1}^{2} + \zeta^{2} = \mathbf{k}_{11}^{2}$$
 (5-15)

$$\beta_{j}^{2} + \xi^{2} = k_{tj}^{2}$$
 (5-16)

$$\boldsymbol{\xi} = \mathbf{k}_0 \sin \boldsymbol{\theta}_0 \tag{5-17}$$



図5-15 積層上を伝播する超音波のモデル

-86-

式(5-7)から式(5-11)のポテンシャルから、平面ひずみ状態での粒子速度 v、粒子変位 u、及 び応力σが導かれる。

$$\mathbf{v}_{\mathbf{x}} = \partial \phi / \partial \mathbf{x} - \partial \psi / \partial \mathbf{z}$$
 (5-18)

$$\mathbf{v}_{z} = \partial \phi / \partial z + \partial \psi / \partial \mathbf{x}$$
(5-19)

$$u_{x} = v_{x}/(-j\omega)$$
 (5-20)

$$u_{z} = v_{z} / (-j\omega)$$
(5-21)

$$\sigma_{z} = \lambda (\partial u_{x} / \partial x + \partial u_{z} / \partial z) + 2 \mu \partial u_{z} / \partial z$$
(5-22)

$$\sigma_{xz} = \mu (\partial u_x / \partial z + \partial u_z / \partial x)$$
(5-23)

式(5-7)から式(5-11)に含まれる未知係数は8個であるが、水中への入射波強度を1とすれば、7個の未知係数は、次式に示す接触媒質と表面層の界面で3個の境界条件及び表面層と基盤の完全結合の4個の条件を用いて求めることができる。

$$v_{0z} = v_{1z}$$
 (z = 0) (5-24)

$$\sigma_{0z} = \sigma_{1z}$$
 (z = 0) (5-25)

$$\sigma_{0 \times z} = \sigma_{1 \times z} = 0$$
 (z = 0) (5-26)

$$v_{1z} = v_{2z}$$
 (z = d) (5-27)

$$v_{1x} = v_{2x}$$
 (z = d) (5-28)
 $\sigma_{1zz} = \sigma_{2zz}$ (z = d) (5-29)

$$\sigma_{1zx} = \sigma_{2zx}$$
 (z = d) (5-30)

表面層のボテンシャルの4個の係数 ϕ_1^+ 、 ϕ_1^- 、 ψ_1^+ 、 ψ_1 を用いて式(5-27)から式(5-30)の 左辺は次式のように行列表示される。

$$\begin{bmatrix} \mathbf{v}_{1\mathbf{x}} \\ \mathbf{v}_{1\mathbf{z}} \\ \sigma_{1\mathbf{z}\mathbf{z}} \\ \sigma_{1\mathbf{z}\mathbf{x}} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \mathbf{j} \xi & 0 & -\mathbf{j}\beta_{1} & 0 \\ 0 & \mathbf{j}\alpha_{1} & 0 & \mathbf{j}\xi \\ -\mathbf{j}(\lambda_{1}\mathbf{k}_{11}^{2} + 2\mu_{1}\alpha_{1}^{2})/\omega & 0 & -\mathbf{j}2\mu_{1}\beta_{1}\xi & 0 \\ 0 & -\mathbf{j}2\mu_{1}\alpha_{1}\xi/\omega & 0 & -\mathbf{j}\mu_{1}(\xi^{2} - \beta_{1}^{2})/\omega \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \phi_{1}^{+} + \phi_{1}^{-} \\ \phi_{1}^{+} - \phi_{1}^{-} \\ \psi_{1}^{+} - \psi_{1}^{-} \\ \psi_{1}^{+} + \psi_{1}^{-} \end{bmatrix}$$
$$= \mathbf{P}_{1}\mathbf{U}_{1} \tag{5-31}$$

-87-

基盤に関する式(5-27)から式(5-30)の右辺は2個の係数 $\phi_2^+ と \psi_2^+$ を用いて次式の関係で示される。

$$\begin{bmatrix} \mathbf{v}_{2x} \\ \mathbf{v}_{2z} \\ \sigma_{2zz} \\ \sigma_{2xz} \\ \sigma_{2xz} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \mathbf{j} \zeta & -\mathbf{j} \beta_{2} \\ \mathbf{j} \alpha_{2} & \mathbf{j} \zeta \\ -\mathbf{j} (\lambda_{2} \mathbf{k}_{21}^{2} + 2\mu_{2} \alpha_{2}^{2})/\omega & -\mathbf{j} 2\mu_{2} \beta_{2} \zeta/\omega \\ -\mathbf{j} 2\mu_{2} \alpha_{2} \zeta/\omega & -\mathbf{j} \mu_{2} (\zeta^{2} - \beta_{2}^{2})/\omega \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \phi_{2}^{+} \\ \psi_{2}^{+} \end{bmatrix}$$
$$= \mathbf{P}_{2} \mathbf{U}_{2} \qquad (5-32)$$

したがって、薄膜の4個の係数 ϕ_1^+ 、 ϕ_1^- 、 ψ_1^+ 、 ψ_1 は基盤の2個の係数 ϕ_2^+ と ψ_2^+ で 表現される。

接触媒質と薄膜の条件式(5-24)から式(5-26)の左辺は次式で示される。

$$\begin{bmatrix} \mathbf{v}_{0z} \\ \sigma_{0z} \\ \sigma_{0xz} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \mathbf{j} \alpha_{0} & -\mathbf{j} \alpha_{0} \\ -\mathbf{j} \lambda \mathbf{k}_{0}^{2} / \omega & -\mathbf{j} \lambda \mathbf{k}_{0}^{2} / \omega \\ -\mathbf{j} 2 \mu_{0} \alpha_{0} \xi / \omega & -\mathbf{j} 2 \mu_{0} \alpha_{0} \xi / \omega \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \phi_{0}^{+} \\ \phi_{0}^{-} \end{bmatrix}$$
$$= \mathbf{P}_{0} \mathbf{U}_{0} \qquad (5-33)$$

さらに右辺は次式で示される。

$$\begin{bmatrix} \mathbf{V}_{1z} \\ \sigma_{1z} \\ \sigma_{1xz} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \mathbf{j} \zeta \cos \alpha_{1} \mathbf{d} & -\zeta \sin \alpha_{1} \mathbf{d} \\ [-\mathbf{j}(\lambda_{1}\mathbf{k}_{11}^{2} + 2\mu_{1}\alpha_{1}^{2})/\omega]\cos \alpha_{1} \mathbf{d} & [(\lambda_{1}\mathbf{k}_{11}^{2} + 2\mu_{1}\alpha_{1}^{2})/\omega]\sin \alpha_{1} \mathbf{d} \\ [-2\mu_{1}\alpha_{1}\zeta/\omega]\sin \alpha_{1} \mathbf{d} & [-\mathbf{j}2\mu_{1}\alpha_{1}\zeta/\omega]\cos \alpha_{1} \mathbf{d} \\ [-2\mu_{1}\alpha_{1}\zeta/\omega]\sin \alpha_{1} \mathbf{d} & [-\mathbf{j}2\mu_{1}\alpha_{1}\zeta/\omega]\cos \alpha_{1} \mathbf{d} \\ [-\mathbf{j}2\mu_{1}\beta_{1}\zeta/\omega]\cos \beta_{1} \mathbf{d} & [-2\mu_{1}\zeta\beta_{1}/\omega]\sin \beta_{1} \mathbf{d} \\ [\mu_{1}(\zeta^{2} - \beta_{1}^{2})/\omega]\sin \beta \mathbf{d} & [-\mathbf{j}\mu_{1}(\zeta^{2} - \beta_{1}^{2})/\omega]\cos \beta_{1} \mathbf{d} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \phi_{1}^{+} + \phi_{1}^{-} \\ \phi_{1}^{+} - \phi_{1}^{-} \\ \psi_{1}^{+} - \psi_{1}^{-} \\ \psi_{1}^{+} + \psi_{1}^{-} \end{bmatrix}$$

 $= P_{3} U_{1}$ (5-34)

式(5-31)と式(5-32)、式(5-33)と式(5-34)の右辺がそれぞれ等しく、

$$P_{1}U_{1} = P_{2}U_{2}$$
 (5-35)

$$P_0 U_0 = P_3 U_1$$
 (5-36)

上式からU。について整理すると次式のようになる。

$$U_{0} = P_{0}^{-1} P_{3} P_{1}^{-1} P_{2} U_{2}$$

= $P_{0}^{-1} A U_{2}$ (5-37)

ここで行列Aを、

$$A = P_{3} P_{1}^{-1} P_{2} = \begin{bmatrix} X_{11} & X_{12} \\ X_{21} & X_{22} \\ X_{31} & X_{32} \end{bmatrix}$$
(5-38)

とすることにより、係数ø₀-は次式で示される。

$$\phi_{0}^{-} = \frac{(X_{21}X_{32} - X_{22}X_{31}) + (\lambda_{0}K_{0}^{2}/\alpha_{0}\omega)(X_{11}X_{32} - X_{12}X_{31})}{(X_{21}X_{32} - X_{22}X_{31}) - (\lambda_{0}K_{0}^{2}/\alpha_{0}\omega)(X_{11}X_{32} - X_{12}X_{31})}$$
(5-39)

$$\sin\theta_{\rm R} = v_{\rm W} / v_{\rm R} \tag{5-40}$$

を満足する。

気孔率 0.6% の窒化ケイ素の縦弾性係数320GPa、ボアソン比0.281、密度3.285g/cm³、水中の音速を1483m/sとして、周波数30から 600MHz に対する表面波速度を計算した。図 5-16は、 ヤング率比 α (= E₁/E₃)を一定として表面層の厚さdを変化させた計算結果、図 5 - 17は表面層の厚さdを一定としてヤング率比 α を変化させた計算結果である。これらの結果、表面層が 20 μ m で膜厚のヤング率が 320GPa の 12.5% 高いと考えれば実験結果を説明できる。



気孔率0.6% (α=1.125 一定)



-90-

5.6 結言

195MHz と 440MHz の線集東レンズを用いた超音波顕微鏡と、36MHz の線集束超音波センサを 用いて、気孔率を変化させた窒化ケイ素セラミックスの漏洩表面波速度を測定した。その結 果、漏洩表面波速度は気孔率の増加とともに減少していた。また、いずれの試料でも表面に近 づくとともに漏洩表面波速度は増加していた。この傾向は硬度測定の結果と一致しており、表 層部の硬い部分に対して漏洩表面波速度は増加していた。音速が(弾性定数/密度)^{0.5}で与えら れるので、表面近傍の弾性定数が内部に比べて高いと推定された。また、2層構造モデルによ る数値解析では表面層 20 μ m の弾性定数が内部より 12.5% 程度高いと考えれば実験結果を説 明できることが分かった。1 桁異なる周波数を用いる表面波速度の分散特性から、セラミック スなどの表面近傍から内部の弾性定数の差異を非破壊で検出できる可能性を示唆することがで きた。

参考文献

- 1) Achenbach, J.D. and Keshava, S.P., J. Appl. Mech. 34(1967), 397.
- 2) 轟·小林·中村·朴·荒居·飯田,機械学会論文集(A編),59巻568号(1993),2977.
- 3) 井原·相澤, 超音波 TECHNO, Vol.7-No.9(1995), 49.
- 4) Bashyam. A and Rose. J. L, in Review of Progress in QNDE, 11(1992), 1483.
- 5) 成田·三浦·石川·石川,日本金属学会誌,54(1990),1142.
- 6) Yamanaka, K., J. Appl. Phys, 54 (1983), 4323.
- 7) Johnson, J. C. and Thompson, R. B., in Review of Progress in QNDE, 12 (1993), 2121.
- Kawashima, K. and Fujii, I., in Review of Progress in QNDE, 15 (1996) , 2039.
- 9) 飛田·池田,第5回新素材及びその製品の非破壊評価シンポジウム講演論文集,(1994), 75.
- 10) Lee, Y. C., Achenbach, J. D. and Kim, J. O., in Review of Progress in QNDE, 12 (1993), 1791.
- 11) Rayleigh, L., Proc. London Math. Soc. 17 (1887)
- 12) 高塩,工業材料,32-7(1984),33.
- 13) 渡利・石崎・河本,日本セラミックス協会学術論文誌,96-2(1988),127.
- 14) 三島·佐藤·植木, Journal of the Ceramics Society of Japan, 100-11(1992), 1323.
- 15) Makino, H., Kamiya, N. and Wada, S, Proceeding of the 1st International Symposium on the Science of Engineering Ceramics, Ceramics Society of Japan, (1991), 229.
- 16) 奥田・平井・上垣外,構造材料セラミックス,オーム社(1987)32.
- 17) 和田·渡辺, 窯業協会誌, 94 11 (1986), 1157.
- 18) 鈴木·田中·山本·中川, 材料, 38-429 (1994), 582.
- 19) 高原·壱岐·戸田·福岡, 機講論, No. 944-1(1994-3), 144.
- 20) Brekhovskikh, L. M., WAVES IN LAYERED MEDEIA, (1980), Academic Press

第6章 本研究の総括と今後の課題

6.1 本研究の総括

本研究では、超音波顕微鏡を用いた漏洩表面波速度測定によって、多結晶アルミニウム合金 の局部応力、および表面波の分散を利用してセラミックスの表層構造を非破壊的に評価した。 第1章は序論で、本研究に関する動向や背景、意義などを述べた。亀裂などの応力分布を非 破壊で測定する場合、1 m²以下の領域の応力測定が必要になる。一般にX線がこれらの測定 に用いられているが、放射能を用いることで人体に危険である。他の非破壊応力測定の手段と して超音波法があり、コンピュータやデジタル信号処理の発達により今後期待される技術であ る。超音波には色々な種類があり、その中で超音波顕微鏡のV(Z)曲線による漏洩表面波速 度を用いることが微少領域の応力測定に適している。しかし、市販の超音波顕微鏡を応力評価 に適用しようとした場合、解決しなければならない課題があることを述べた。

第2章では、漏洩表面波速度の測定精度を向上させるため、市販の超音波顕微鏡に施した簡 単な改造と、V(Z)曲線に現れる周期△Zを精度良く定めるデジタル信号処理方法について述 べた。簡単な改造は、高分解能の変位計を外付けしてデフォーカス量Zを高精度で測定した。 また、開発したデジタル信号処理によって、V(Z)曲線のバックグラウンドを指数関数で近似 した。漏洩表面波速度の測定精度の検証は溶融石英ガラス(T4040)と多結晶アルミニウム合金 (A2017-T3)で行った。その結果、相対速度変動率は、前者では7.8X10⁻⁵、後者では1.5X10⁻⁴ になり、これらの値は特殊な超音波顕微鏡を用いた報告と同程度であり、10MPa程度の応力を 検出するために必要な10⁻⁴オーダの相対速度変化が検出できるようになった。

第3章では第2章で述べた方法を利用して、多結晶アルミニウム合金(A2017-T3)の音弾性定数を測定し、単軸引張を受ける多結晶アルミニウム合金試験片の小孔近傍の応力を音弾性法により求めた。多結晶金属材料を超音波顕微鏡のV(Z)曲線で評価する場合、結晶粒の方位による影響が大きく現れるが、同一の場所でV(Z)曲線を測定すればこの影響を除去することが可能になる。そこで位置合わせと引張試験方法を工夫することにより、多結晶アルミニウム合金(A2017-T3)の音弾性定数 $K_1 = -2.4 \times 10^{-5}$ /MPa、 $K_2 = 0.74 \times 10^{-5}$ /MPaを求めた。また、音弾性法とFEM計算で得られた小孔周りの応力分布には良い相関が得られ、超音波顕微鏡による多結晶体の応力測定が可能であることを確認した。

第4章では、V(Z)曲線の周期△Zを高精度で求めるため、FFT解析や最大エントロビ法、 自己相関法かウェーブレット変換を用いて、溶融石英ガラスの漏洩表面波速度を算出した。従 来、周期性が無限に存在することを前提とするFFT解析が、小数個の周期△Zを持つV(Z)曲 線に適用されてきた。これに対して、最大エントロビ法や自己相関法、ウェーブレット変換 は、周波数の分解能が高く、データに含まれる周期間隔が少ない場合でも解析できる特徴を持 つ。その結果、第2章で述べたデジタル信号処理(計算によるバックグラウンド除去方法)と 上述の解析方法を組み合わせることより、自己相関法とウエーブレット解析で分散(標準偏差) の少ない漏洩表面波速度が得られた。これら速度の変動は、バックグラウンド除去後のV(Z) 曲線に対するFFT解析の場合とほとんど差がなかった。ウェーブレット変換を除く他の解析結 果の値は、5 MHz の直接接触法によって測定したバルク波速度から算出した自由表面波速度 3434m/sに近い値であった。これらのことから、漏洩表面波速度の標準偏差を小さくしその測 定精度を向上させるために、バックグラウンドを除去しさらに周期性を意識して切り出した波 形に対して、周期△Zを算出することが重要であることが判った。また、自己相関法とウェー ブレット変換の場合、距離Zの増加とともに漏洩表面波速度が増加する結果が得られた。

第5章では、表面波の分散特性を用いて、セラミックス表層部の弾性特性を非破壊で評価した。対象とした試料は、気孔率が0.6%から6.5%までの窒化ケイ素セラミックスである。 195MHz と440MHz の線集東レンズを用いた超音波顕微鏡と、36MHz の線集東超音波センサを用いて、気孔率を変化させた窒化ケイ素セラミックスの漏洩表面波速度を測定した。その結果、 漏洩表面波速度は気孔率の増加とともに減少していた。また、いずれの試料でも表面に近づく とともに漏洩表面波速度は増加していた。この傾向は硬度測定の結果と一致しており、表層部 の硬い部分に対して漏洩表面波速度は増加していた。音速が(弾性定数/密度)^{0.5}で与えられる ので、表面近傍の弾性定数が内部に比べて高いと推定された。また、2層構造モデルによる数 値解析では表面層 20 μmの弾性定数が内部より 12.5%程度高いと考えれば実験結果を説明で きることが分かった。1桁異なる周波数を用いる表面波速度の分散特性から、セラミックスな どの表面近傍から内部の弾性定数の差異を非破壊で検出できる可能性を示唆することができ た。

6.2 今後の課題

超音波顕微鏡を用いて、多結晶金属材料の漏洩表面波速度を測定する場合、3.6.1で述 べたように、周波数195MHzの表面波が伝播する距離(超音波顕微鏡で観察される領域)は、距 離Zが-200μmから-50μmに対して、115μmから30μmに変化する。線集束レンズの奥行 きは800μmであるので、結晶粒径30μmのアルミニウム合金の場合、伝播する領域に含ま れる結晶粒数は、約120個から約30個に変化する。周波数195MHzにおける表面波の浸透深さ は約15μmになる。したがって、表面波は1つの結晶粒の半分の深さまでしか浸透しない。こ れらの理由から、測定位置により個々の結晶粒の方位の影響が現れ、漏洩表面波速度が約30 m/s以上も異なった。このため、数mm²程度の領域の平均応力を求めようとすると、漏洩表面 波速度を測定し、極めて多数の点について平均する必要があり、現状の超音波顕微鏡では多大 な測定時間を必要とする。この解決法として、観測領域を現状よりも1桁大きくできる PVDF 圧電膜線集束超音波センサで漏洩表面波速度を測定し、平均値で評価する方法が有力と考えら れる。

付録1 V(Z)曲線測定方法

測定前準備

超音波顕微鏡を用いてV(Z)曲線を収録する手順を以下で説明する。

[1]超音波顕微鏡背面の検波信号(SIGNAL MONITOR信号)とトリガー信号をオシロスコープの 1 chと2 chに BNC ケーブルで接続する(付図1-1参照)。オシロスコープの入力レンジと時 間スケールの値を以下のように設定する。

1 ch(SIGNAL MONITOR): 入力レンジ-->0.5V

2 ch(TRIGER) :入力レンジ --> 指定なし

時間スケール :0.2 µ sec

トリガー信号を利用し、検波信号を確認する(付図1-2参照)。この検波信号は後述する焦点の決定や測定試料の傾き調整、試料の位置合わせに利用する。

[2]距離Zを測定するための変位計のアンプ、変位計、変位計用電源を接続する。

[3]水温を測定するためのサーミスタとその抵抗値を読み取るためのデジタルテスタを接続する。

[4]応力測定の場合は、歪みゲージ用のブリッジボックス、歪み計を接続する。

[5] 超音波顕微鏡のレンズ取付け部右側面M3のボルトを2本外す(付図1-3参照)。

[6]変位計を取付けるためのプレートを超音波顕微鏡のヘッドに取付ける(付図1-4参照)。

[7]変位計をプレートに取付ける (付図1-5参照)。

[8]195MHzの線集束レンズの対物面表面の汚れを落としておく(付図1-6参照)。

[9]レンズロックボタンがロックされていることを確認する(付図1-7参照)。もし、ロッ クが解除されていて線集束レンズを超音波顕微鏡に取り付けると、超音波顕微鏡の走査機能を 破損してしまうので注意する。

[10]表面波の伝播方向に対応させて、線集束レンズを超音波顕微鏡に取り付ける(付図1-8 参照)。このとき、線集束レンズを物に接触させないようにする。

[11] 超音波顕微鏡にマッチングボックスを取り付ける(付図1-9参照)。

[12] 超音波顕微鏡(付図1-10参照)、および超音波顕微鏡周辺の計測器等の電源を入れ、最低2時間程度放置して電気回路等の安定を待つ。

[13] 試料を水に浸すだけでは水中で試料がミクロンオーダで浮遊してしまい、正確な距離Zの 測定ができない。そこで、試料を水槽に固定する(付図1-11参照)。このとき、試料が金属 材料の場合、試料表面の酸化防止として油を薄く塗布しておく。油としてはCRC等の潤滑油が 適当である。もし、酸化防止の処理を怠ると、試料がアルミニウム合金の場合、わずか数時間 で表面に銅等が析出してくる(付図1-12参照)。

[14]水温測定用のサーミスタを測定部の近傍に軽く固定する(付図1-13参照)。

[15] 試料の表面の上2~3 mmのところまで蒸留水またはイオン交換水を入れる(付図1-14 参照)。また、水中に試料を浸した後、水と試料の温度が同一になるまで1~2時間程待つ。 [16] 電源投入時の超音波顕微鏡のアンプはLOGになっている。(付図1-15 参照)。

LOGとLINの切り替えは試料のV(Z)曲線の振幅の大きさで判断する。

[17] ブライトネスのつまみを4近辺の位置にする(付図1-16参照)。

[18]コントラストのつまみを 10 近辺の位置にする(付図 1 - 16 参照)。

測定手順

[19]付図1-2に示す検波信号を確認しながら、レンズ送りダイアルをゆっくり左回転させ (付図1-17参照)、レンズを試料に近づけ(降下させ)ていくと、検波信号のパルス状波形 の大きさが増減することが確認される。

[20]検波信号のパルス状波形の大きさが最大になる位置で、レンズの降下を一時中止する。このときパルス状波形の大きさが飽和するようであれば、超音波顕微鏡のアッテネーションを入れる(付図1-18参照)。 その値の目安は溶融石英ガラスの場合で20dB前後、アルミニウム合金の場合で15dB前後である。

[21]超音波顕微鏡の試料台の2つの傾き調整つまみ(付図1-19参照)をゆっくり左右に回転させ、パルス状波形の大きさが最大になるように調整する。この時、レンズと試料が接触しないことを確認しながら行う。

[22]再度、レンズ送りダイアルをゆっくり左右に回転させ、検波信号の出力が最大になる位置を捜す。この時の距離Zが試料の表面に焦点があった位置である。

[23]距離Zの表示リセットボタンを押す(付図1-20参照)。

[24]線集東レンズと試料が接触しないことを目視で確認しながら、距離乙の表示が-251 μm になるまで(付図1-21参照)、レンズ送りダイアルをゆっくり回す。-251 μmの値は195MHz のレンズに対するものであり、レンズと試料が接触しない最大のデフォーカス量の値である。 他の周波数のレンズを使用した場合、この値は異なる。

[25]変位計のセンサのレバーをターゲットに接触させる(付図1-22参照)。 このときター ゲットの表面はガラス板のような滑らかなものにする。面粗度が悪いと接触部で滑り不良が発 生し、正確な距離Zの測定が行えない。変位計を取り外さない限り、この作業は1回でよい。 [26]パーソナルコンピュータの電源を投入し、DOSのディレクトリを[QUICK-BASIC]にする。 [27]V(Z)曲線測定用プログラム[OL.EXE] を実行させる。 [28]最初、CRT に変位計の出力電圧が表示され、その値が3~4Vであれば測定可能である。 もし、変位計の出力電圧が3~4Vでなければ、項目[7]の作業を再度行い、3~4Vになる ように変位計をセットする。

[29]パーソーナルコンビュータのキーボード[Y] キーを押す。以下、CRTに表示される指示に 従って各パラメータを入力する。

[30] V(Z)曲線の測定が開始される。このときCRTには何も表示されないが、超音波顕微鏡の 距離Z表示の値が大きくなっていく。V(Z)曲線の測定を中止したい場合は[S]キーを押す。 [31] V(Z)曲線の測定終了後、V(Z)曲線データのファイル名とそのときのサーミスタの抵抗 値を入力すると、自動的にフロッビディスクにデータが記録される。このデータを[VZ-FIT.EXE] のプログラムで解析する。

[32] 再度、V(Z)曲線を測定するときは項目[24]に戻る。ただし、焦点を確認するために、時々 項目[22]から作業を進める。測定を繰り返していると、試料の表面に気泡が発生し、精度良い V(Z)曲線が収録できなくなる。そこで時々、水槽中の水を含ませたスポイト等で、試料の表 面上を撹拌することも重要である。また、この操作により、レンズと試料間の局部的な温度上 昇も避けることができる。

[33]終了時の手順は特にない。全ての電源を切った後、測定準備の逆の手順を実行すればよい。

[34]線集東レンズの方向調整は付図1-23に示すように、レンズ外径φ9mmのところにレン ズ方向セット治具を挿入する。次に線集東レンズの対物面にφ0.8mmの丸棒(φ0.8mmのキリ が適当)を水平になるように置く。レンズ方向セット治具から出ている丸棒をφ0.8mmの丸棒 と平行になるよう目視で合わせ、レンズ方向セット治具の小さなボルトを固定する。最後にφ 0.8mmの丸棒を取り除く。この状態で項目[10]を実行すると、線集東レンズの方向合わせが容 易になる。



付図1-1 オシロスコープへの信号入力



付図1-2 検波信号







付図1-4 プレート取り付け



付図1-5 変位計センサ取り付け



付図1-6 レンズ対物部クリーニング



付図1-7 レンズロック確認



付図1-8 レンズ取り付け



付図1-9 マッチングボックス取り付け



付図1-10 電源スイッチ投入



付図1-11 試料の固定



′付図1-12 アルミニウム合金(A2017)腐食の様子



付図1-13 サーミスタ設置



付図1-14 蒸留水投入


付図1-15 アンプ切り替え



付図1-16 ブライトネスとコントラストの調節



付図1-17 レンズ送り



付図1-18 アッテネーション切り替え



付図1-19 傾き調整



付図1-20 Z表示のリセット



付図1-21 Z表示(-251 μm)



付図1-22 変位計センサ取り付け



付図1-23 レンズの向き調整

付録2 △Zの高精度測定計算プログラム使用方法

[1][VZ-FIT.EXE]を実行させる。

[2]解析するデータのファイル名を入力する。なお、このデータのファイルの拡張子は [*.DAT]である。

[3]データ読み込みとスプライン補間(付図2-1参照)が実行される。

[4]バックグラウンドの計算範囲を切り出す(付図2-2、3参照)。

[5]バックグラウンドが計算され、V,(Z)成分が表示される(付図2-4参照)。

[6]データのファイル名を再入力する。なおこのデータのファイルの拡張子は[*.FIT]である。

[7][VZ-FFT.EXE]を実行させる。

[8]解析するデータのファイル名を入力する。なおこのデータのファイルの拡張子は[*.FIT] である。

[9]データの読み込みが実行される(付図2-5参照)。

[10]FFT 解析結果及び漏洩表面波速度の算出結果が表示される(付図2-6参照)。





付図 2 – 5 V₁(Z)曲線の読み込みと表示



付図2-6 FFT解析、漏洩表面波速度算出結果の表示

付録3 位置合わせ方法

けがき線を利用した位置合わせ方法

[1] 試験片の表面をエメリーペパーで2000番まで仕上げる。

[2]鋭利なカッターナイフで試験片の表面に軽くけがき線を入れる(付図3-1(a)参照)。 [3]次にけがき線と平行になるようにバフ研磨する(付図3-1(b)参照)。このとき、けがき 線とバフ方向が垂直になるようにかけると(付図3-1(c)参照)、けがき線のまわりがダレて しまい、正確な位置合わせができなくなる。

[4]線集束レンズ曲面の母線とけがき線を平行になるようにする(付図3-2(a)参照)。

[5]距離Zを-20~-10µmにする。

[6]超音波顕微鏡の検波信号を確認しながら、矢印方向に試験片をX-Yテーブルを利用して 移動させると、レンズの位置によって付図3-2(a)~(e)のように検波信号が変化する。 [7]付図3-2(c)のように超音波のビームがけがき線中央に一致したときに検波信号の出 力が最小になり、この位置を位置合わせの基準にすることができる。

試験片エッジを利用した位置合わせ方法

[1]線集束レンズと試験片のエッジを付図3-3(a)の位置関係にする。

[2]距離Zを-20~-10μmにする。

[3]超音波顕微鏡の検波信号を確認しながら、試験片を超音波顕微鏡のX-Yテーブルを利用 して矢印方向に移動させると、レンズの位置によって付図3-3(a)~(e)のように検波信号 が変化する。 付図3-3(b)の状態になるときに検波信号が増加し始める。このときX-Y テーブルの位置表示モニタを零にする。

[4]付図3-3(d)で検波信号が小さくなり、この時の位置表示モニタの値の中央値が試験 片の中央であり、この位置を位置合わせの基準にすることができる。







(b)



付図3-1 けがき線加工方法説明図





















付図3-2 けがき線による位置合わせ方法概略図

(d)



付図3-3 エッジによる位置合わせ方法概略図

謝辞

研究、実験の進め方を懇切丁寧に御指導して下さった名古屋工業大学生産システム工学専攻 教授 川嶋紘一郎博士 に心より感謝致します。

また、多くの有益なご教示をいただいた名古屋工業大学生産システム工学専攻教授 山田日出夫博士、 同教授 田中皓一博士 に深くお礼申し上げます。

本研究の遂行にあたり、種々の励ましをして下さった、アイシン精機株式会社副社長 水野清史氏、 常務取締役 河村安憲氏、 常務取締役 斉藤治彦博士、 信頼性技術部部長 参与 岡田充夫氏、 電子系事業部技術部次長 橋本信行氏、 第一開発部副部長 林正治氏、 信頼性技術部解析実験グループマネージャ 長谷部高久氏 に感謝致します。

第2章で超音波顕微鏡の改造にあたり種々の御指導、御協力をして下さった名古屋工業大学 機械工学科助手 藤井郁也氏、オリンパス光学工業株式会社第2開発部 遠藤富男氏、 株式会社オリンパスエンジニアリング開発部 藤井潔氏 に感謝致します。

第4章での数値解析に関して御指導、アドバイスをして下さった東京大学工学部計数工学科 助教授 新誠一博士、 名古屋工業大学機械工学科講師 伊藤智啓博士、 アイシン精機株式 会社信頼性技術部制御グループマネージャ 河合種市氏 に感謝致します。

第5章でセラミックスに関して御指導をして下さった株式会社豊田中央研究所材料2部 神谷信雄博士、 アイシン精機株式会社材料開発部開発第一グループ主担当 豊田竜生氏、 に 感謝致します。 PVDF圧電膜を用いた超音波集束センサで窒化ケイ素セラミックスの漏洩表面 波速度を測定して下さった名古屋工業大学院生(現在 スズキ自動車株式会社) 佐藤剛志氏 に感謝致します。

また、英文投稿論文の御指導をして下さった九州大学言語文化部助教授 浦田和幸氏、 に感謝致します。

最後に家庭を顧みず、研究に没頭させてくれた妻 真澄、 長男 浩俊、 次男 祐哉、に 感謝します。